

OCT 05 2001

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Mikio KONDO, et al.

GAU:

SERIAL NO. 11-323

EXAMINER:

FILED: August 13, 2001

FOR: METHOD OF FORMING A POWDER COMPACT

REQUEST FOR PRIORITY

ASSISTANT COMMISSIONER FOR PATENTS
WASHINGTON, D.C. 20231

SIR:

- ☐ Full benefit of the filing date of U.S. Application Serial Number, filed, is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §120.
- ☐ Full benefit of the filing date of U.S. Provisional Application Serial Number, filed, is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119(e).
- ☒ Applicants claim any right to priority from any earlier filed applications to which they may be entitled pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119, as noted below.

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicants claim as priority:

<u>COUNTRY</u>	<u>APPLICATION NUMBER</u>	<u>MONTH/DAY/YEAR</u>
JAPAN	11-354660	December 14, 1999

Certified copies of the corresponding Convention Application(s)

- ☒ are submitted herewith
- ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee
- ☐ were filed in prior application Serial No. filed
- ☐ were submitted to the International Bureau in PCT Application Number .
Receipt of the certified copies by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.
- ☐ (A) Application Serial No.(s) were filed in prior application Serial No. filed ; and
(B) Application Serial No.(s)
 - ☐ are submitted herewith
 - ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee

Respectfully Submitted,

OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,
MAIER & NEUSTADT, P.C.

N. A. Oblon

Norman F. Oblon
Registration No. 24,618

Thomas A. Blinka, Ph.D.
Registration No. 44,541



22850



日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

1999年12月14日

出 願 番 号

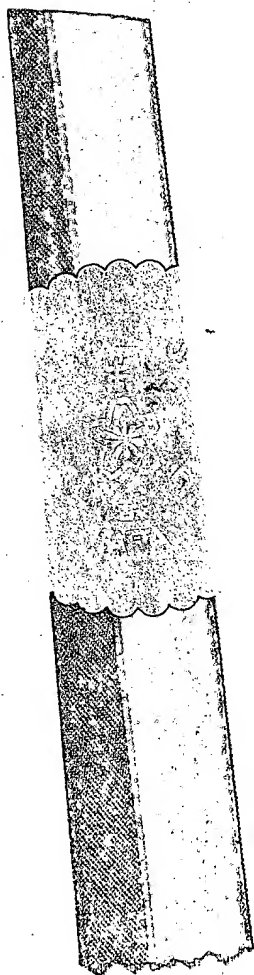
Application Number:

平成11年特許願第354660号

出 願 人

Applicant(s):

株式会社豊田中央研究所
トヨタ自動車株式会社

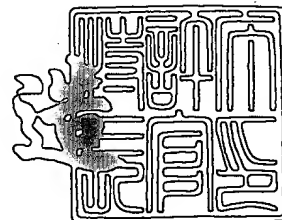


CERTIFIED COPY OF
PRIORITY DOCUMENT

2001年 9月13日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

及 川 耕



出証番号 出証特2001-3084496

【書類名】 特許願

【整理番号】 P000010909

【提出日】 平成11年12月14日

【あて先】 特許庁長官 近藤 隆彦 殿

【国際特許分類】 B22F 3/02
B22F 3/035

【発明の名称】 粉末冶金における粉末成形体の成形方法

【請求項の数】 14

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県愛知郡長久手町大字長湫字横道 4 1 番地の 1 株式会社豊田中央研究所内

【氏名】 近藤 幹夫

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県愛知郡長久手町大字長湫字横道 4 1 番地の 1 株式会社豊田中央研究所内

【氏名】 栗野 洋司

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県愛知郡長久手町大字長湫字横道 4 1 番地の 1 株式会社豊田中央研究所内

【氏名】 澤村 政敏

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県豊田市トヨタ町 1 番地 トヨタ自動車株式会社内

【氏名】 岡島 博司

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県豊田市トヨタ町 1 番地 トヨタ自動車株式会社内

【氏名】 竹本 恵英

【特許出願人】

【識別番号】 000003609

【氏名又は名称】 株式会社豊田中央研究所

【代表者】 高橋 理一

【特許出願人】

【識別番号】 000003207

【氏名又は名称】 トヨタ自動車株式会社

【代表者】 加藤 伸一

【代理人】

【識別番号】 100081776

【弁理士】

【氏名又は名称】 大川 宏

【電話番号】 (052)583-9720

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 009438

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【ブルーフの要否】 要



【書類名】 明細書

【発明の名称】 粉末冶金における粉末成形体の成形方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 加熱された金型の内面に高級脂肪酸系潤滑剤を塗布する塗布工程と、

前記金型に金属粉末を充填し、前記高級脂肪酸系潤滑剤が該金属粉末と化学的に結合して金属石鹸の被膜を生成する圧力で該金属粉末を加圧成形する加圧成形工程と

を含むことを特徴とする粉末冶金における粉末成形体の成形方法。

【請求項 2】 前記高級脂肪酸系潤滑剤は高級脂肪酸の金属塩である請求項 1 記載の粉末冶金における粉末成形体の成形方法。

【請求項 3】 前記高級脂肪酸の金属塩は高級脂肪酸のリチウム塩、カルシウム塩又は亜鉛塩である請求項 2 記載の粉末冶金における粉末成形体の成形方法。

【請求項 4】 前記高級脂肪酸系潤滑剤は水に分散されている請求項 1 記載の粉末冶金における粉末成形体の成形方法。

【請求項 5】 前記高級脂肪酸系潤滑剤は最大粒径が $30\ \mu\text{m}$ 未満である請求項 4 記載の粉末冶金における粉末成形体の成形方法。

【請求項 6】 加熱された前記金型の温度は 100°C 以上である請求項 1 記載の粉末冶金における粉末成形体の成形方法。

【請求項 7】 加熱された前記金型の温度は前記高級脂肪酸系潤滑剤の融点未満である請求項 6 記載の粉末冶金における粉末成形体の成形方法。

【請求項 8】 前記金属粉末は加熱されている請求項 1 記載の粉末冶金における粉末成形体の成形方法。

【請求項 9】 前記金属粉末は鉄粉末を含む金属粉末である請求項 1 記載の粉末冶金における粉末成形体の成形方法。

【請求項 10】 前記金属粉末は前記高級脂肪酸系潤滑剤が添加されている請求項 1 又は 9 記載の粉末冶金における粉末成形体の成形方法。

【請求項 11】 前記金属粉末は前記高級脂肪酸系潤滑剤が 0.1 重量%以上添加されている請求項 10 記載の粉末冶金における粉末成形体の成形方法。



【請求項 1 2】 1 0 0℃以上に加熱された金型の内面に高級脂肪酸の金属塩を塗布する塗布工程と、

前記金型に鉄粉末を充填し、6 0 0 M P a 以上で該鉄粉末を加圧成形する加圧成形工程と

を含むことを特徴とする粉末冶金における粉末成形体の成形方法。

【請求項 1 3】 前記高級脂肪酸の金属塩は高級脂肪酸のリチウム塩、カルシウム塩又は亜鉛塩である請求項 1 2 記載の粉末冶金における粉末成形体の成形方法。

【請求項 1 4】 7 8 5 M P a 以上で前記鉄粉末を加圧成形する請求項 1 2 記載の粉末冶金における粉末成形体の成形方法。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】

本発明は粉末冶金における粉末成形体の成形方法に関する。特に高密度の粉末成形体を得ると同時に、粉末成形体を金型から拔出する際の拔出圧力を低くすることができる粉末成形体の成形方法に関する。

【0 0 0 2】

【従来の技術】

粉末冶金においては、粉末を加圧成形して粉末成形体（以下適宜「成形体」と略す）を成形し、この成形体を焼結して焼結体を製造する。この粉末冶金において、寸法精度が高く高密度の焼結体を得るために高密度の成形体を得ておく必要がある。そしてそのためには成形体を成形するための成形圧力を高くする必要がある。

【0 0 0 3】

高密度の焼結体を製造する方法として、従来より 2 回成形して、2 回焼結する方法や粉末鍛造法が行われてきたが、これらの方法においても、やはり高密度の焼結体を得るためには高密度の成形体を得る必要があり、そのため粉末を成形するための成形圧力を高くする必要があった。

【0 0 0 4】

しかし成形圧力を高くした場合には、加圧成形された成形体を金型から抜き出すための抜出圧力が必然的に高くなる。そして抜出圧力が高くなると成形体にわれやひび等が発生したり、金型にかじりが生じたりするという問題が生じた。そこで従来より抜出圧力が高くない技術が求められてきた。

【0005】

例えば潤滑剤を用いて成形体を抜き出すときの成形体と金型との摩擦を軽減する手法がある。USP-4955798には粉末と金型を150℃程度以下に加熱する温間成形法が開示され、加圧成形された成形体を金型から抜き出す際の抜出圧力を減少させるために、粉末に混合する潤滑剤としてステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウム等の金属ステアリン酸塩の潤滑剤やワックス系潤滑剤等を用いて成形することが開示されている。また特開平05-271709号公報、特開平11-140505号公報、特開平11-100602号公報等には温間成形用の潤滑剤を含む原料粉末の製造方法や温間成形用の潤滑剤を含む原料粉末を用いた成形方法が開示されている。更に特開平8-100203号公報には金型に潤滑剤を静電塗布する方法が開示されている。

【0006】

またステアリン酸リチウムを潤滑剤として用いた場合成形温度が高くなると抜出圧力が高くなるとする研究論文（"INFLUENCE OF TEMPERATURE ON PROPERTIES OF LITHIUM STEARATE LUBRICANT", Powder Metallurgy & Particulate Materials, vol1, 1997）も発表されている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】

鉄系の焼結体については、高強度化、軽量化のために高密度化が要求されると共に、高精度化と低コスト化も要求されている。そのため一回の成形と焼結だけで高密度の焼結体を得ようとする粉末を加圧成形する圧力を高くしなければならない。しかし従来の手法では成形圧力の増加に伴い、抜出圧力が高くなり、成形体の表面を劣化させかつ金型にかじりが生じて、成形を続行することができないという問題も生じていた。

【0008】

そこで本発明の目的は、高い成形圧力で高密度の成形体を得ることができると同時に、金型からの拔出圧力を減少することができる粉末冶金における粉末成形体の成形方法を提供することにある。

【 0 0 0 9 】

【課題を解決するための手段】

本発明者は研究の結果、金型の内面に高級脂肪酸系潤滑剤であるステアリン酸リチウムを塗布して、150℃に加熱した金型に同一の温度に加熱した鉄粉末を充填して、この鉄粉末を加圧成形する場合、成形圧力を686MPaで加圧成形した方が588MPaで加圧成形するよりも却って拔出圧力が減少することを発見した。これは従来の高圧力で粉末を成形体に成形した場合には、この成形体を拔出する圧力には高い圧力を必要とする従来の考えを覆す発見であった。そこで本研究者は更に研究を重ね、金型の内面にステアリン酸リチウムを塗布して、981MPaの成形圧力で加圧成形した鉄粉末の成形体について、成形体の表面にステアリン酸鉄が付着していることを発見した。

【 0 0 1 0 】

更に本発明者はステアリン酸カルシウムとステアリン酸亜鉛についても105℃に加熱した金型及び鉄粉末を用いて鉄粉末を加圧成形したところ、一定の圧力を越えると却って成形体の拔出圧力が減少するという同様な現象が見られることを確認した。

【 0 0 1 1 】

これらの現象について本発明者は研究を重ねた結果、次のように推測するに至った。つまりステアリン酸リチウムのような高級脂肪酸系潤滑剤を加熱した金型の内面表面に塗布すると、金型の内面表面に薄い潤滑剤の被膜が存在することになる。この状態で加熱した金属粉末を金型に充填して、ある一定の圧力以上で加圧成形すると、詳細は明らかではないが、金属粉末と高級脂肪酸系潤滑剤との間に所謂メカノケミカル反応が生じ、このメカノケミカル反応によって金属粉末と高級脂肪酸系潤滑剤とが化学的に結合して金属石鹸の被膜が形成され则认为るに至った。そしてこの金属石鹸の被膜は金属粉末との結合力が非常に強固であり、物理的に金型の内面表面に吸着していた高級脂肪酸系潤滑剤以上の潤滑性能が

發揮されて、この被膜によって金型と成形体の間の摩擦力が著しく減少されることになると考えた。

【 0 0 1 2 】

そこで本発明者は、加熱された金型の内面に高級脂肪酸系潤滑剤を塗布する塗布工程と、前記金型に金属粉末を充填し、前記高級脂肪酸系潤滑剤が該金属粉末と化学的に結合して金属石鹸の被膜を生成する圧力で該金属粉末を加圧成形する加圧成形工程とを含むことを特徴とする粉末冶金における粉末成形体の成形方法を発明した。

【 0 0 1 3 】

即ち加熱され、内面にステアリン酸リチウムのような高級脂肪酸系潤滑剤が塗布された金型を用いて、この金型に加熱された金属粉末を充填して、この金属粉末と高級脂肪酸系潤滑剤とが化学的に結合して金属石鹸の被膜が生成される圧力でこの金属粉末を加圧成形すると、金属石鹸の被膜が金型の内面表面に生じると推測され、その結果金属粉末の成形体と金型との間の摩擦力が減少し、成形体を拔出する圧力が少なくて済む。また金型が加熱された状態で加圧成形されるのでそれだけ高級脂肪酸系潤滑剤と金属粉末との化学的結合が促進されていると推測され、金属石鹸の被膜が形成しやすくなる。更に金属石鹸の被膜が生成される圧力で加圧成形するので、高密度の成形体を成形することができる。なおここで高級脂肪酸系潤滑剤とは高級脂肪酸からなる潤滑剤及び高級脂肪酸の金属塩からなる潤滑剤の双方を含む。

【 0 0 1 4 】

また本発明者は、100℃以上に加熱された金型の内面に高級脂肪酸の金属塩を塗布する塗布工程と、前記金型に鉄粉末を充填し、600MPa以上で該鉄粉末を加圧成形する加圧成形工程とを含むことを特徴とする粉末冶金における粉末成形体の成形方法を発明した。

【 0 0 1 5 】

即ち100℃以上に加熱され、内面に例えばステアリン酸リチウムのような高級脂肪酸の金属塩が塗布された金型を用いて、鉄粉末を600MPa以上で加圧すると金型が100℃以上に加熱されているので、高級脂肪酸の金属塩が鉄粉末

と化学的結合が促進されると推測され、例えばステアリン酸鉄の単分子膜のような高級脂肪酸の鉄塩の被膜が成形体の表面に生じ、その結果鉄粉末の成形体と金型との間の摩擦力が減少し、成形体を抜出す圧力が少なくて済む。また 600 MPa 以上という高圧力で加圧成形するので、高密度の成形体を成形することができる。

【0016】

【発明の実施の形態】

以下詳細に本発明の粉末冶金における粉末成形体の成形方法（以下適宜「成形方法」と略す）の実施の形態について説明する。

【0017】

本発明の成形方法は、加熱された金型の内面に高級脂肪酸系潤滑剤を塗布する塗布工程と、この金型に金属粉末を充填し、高級脂肪酸系潤滑剤が金属粉末と化学的に結合して金属石鹸の被膜を生成する圧力で金属粉末を加圧成形する加圧成形工程とを含む。即ち本発明の成形方法は塗布工程と加圧成形工程とを含む。

【0018】

塗布工程は加熱された金型の内面に高級脂肪酸系潤滑剤を塗布する工程である。

【0019】

ここで用いられる高級脂肪酸系潤滑剤は上述したように高級脂肪酸からなる潤滑剤と高級脂肪酸の金属塩からなる潤滑剤の双方を含む。例えばステアリン酸リチウム、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸バリウム、パルミチン酸リチウム、オレイン酸リチウム、パルミチン酸カルシウム、オレイン酸カルシウム等を用いることができる。

【0020】

なお高級脂肪酸系潤滑剤は高級脂肪酸の金属塩であることが好ましい。高級脂肪酸の金属塩の潤滑剤であれば、所定の温度及び所定の圧力の下で高級脂肪酸の金属塩が金属粉末とそれだけ容易に化学的に結合し、高級脂肪酸の金属塩の被膜を形成すると考えられる。更にこの高級脂肪酸の金属塩は高級脂肪酸のリチウム塩、カルシウム塩又は亜鉛塩であるのがより好ましい。金属粉末を加圧成形して

、成形された成形体を抜き出す抜出圧力が少なくて済む。即ちより容易に金属粉末と化学的に結合して高級脂肪酸の金属塩の被膜を容易に形成すると考えられる。例えば鉄粉末と化学的に結合してステアリン酸鉄の被膜を形成して、抜出圧力が少なくて済む。

【 0 0 2 1 】

なお高級脂肪酸系潤滑剤は固体であることが好ましい。液状であると潤滑剤が下方向に流れ落ち易くなり、金型内面に潤滑剤を均一に塗布することが困難であるという問題が生じる。また金属粉末が固まる等の問題が生じる。

【 0 0 2 2 】

更に高級脂肪酸系潤滑剤は水に分散されているのが好ましい。水に分散されている潤滑剤を 1 0 0 ℃ 以上に加熱された金型に用いると水が瞬時に蒸発して、均一な潤滑剤の被膜を形成することができる。また有機溶媒ではなく水に分散されているので環境上の問題を避けることができる。また水に分散された高級脂肪酸系潤滑剤の粒子は最大粒径が 3 0 μ m 未満であることが好ましい。3 0 μ m 以上の粒子があると潤滑剤の被膜が不均一になり、また水に分散した場合に高級脂肪酸系潤滑剤の粒子が容易に沈殿してしまい、均一な塗布が困難になる。

【 0 0 2 3 】

なお最大粒径が 3 0 μ m 未満である水に分散された高級脂肪酸系潤滑剤は次のように調整することができる。まず高級脂肪酸系潤滑剤を加える水に界面活性剤を添加しておく。

【 0 0 2 4 】

界面活性剤は例えばアルキルフェノール系の界面活性剤、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル (EO) 6、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル (EO) 1 0、アニオン性非イオン型界面活性剤、ホウ酸エステル系エマルボンド T-8 0 等その他公知の界面活性剤を用いることができる。これらのうち適切なものを 1 種類、或いは 2 種以上を必要に応じて適切な量添加すればよい。

【 0 0 2 5 】

例えば高級脂肪酸系潤滑剤としてステアリン酸リチウムを用いる場合、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル (EO) 6、ポリオキシエチレンノニル

ェニルエーテル (EO) 10 及びホウ酸エステルエマルボン T-80 の 3 種類の界面活性剤を同時に添加することが好ましい。ホウ酸エステルエマルボン T-80 のみであるとステアリン酸リチウムは水に分散しないからである。またポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル (EO) 6 或いは (EO) 10 のみではステアリン酸リチウムは水に分散するが、これを後述するように更に希釈したときにうまく分散しないからである。そこでこのように 3 種類の界面活性剤を適切に複合添加するのが好ましい。

【0026】

添加する界面活性剤の全体量は水溶液の全体の体積を 100 体積%として 1.5 ~ 15 体積% が好ましい。界面活性剤の添加量が多いほどステアリン酸リチウムを多量に分散させることができるが、添加量が多くなればそれだけ水溶液の粘度が高くなり、後述する潤滑剤の粉碎処理においてステアリン酸リチウムの粒子を微細にすることが困難になる。

【0027】

なおこのほかに少量の消泡剤、例えばシリコン系の消泡剤等を添加することができる。潤滑剤の粉碎処理において泡立ちが激しいと潤滑剤を塗布した際に均一な潤滑剤の被膜が形成されにくいからである。消泡剤の添加量は概ね水溶液の体積を 100 体積%として 0.1 ~ 1 体積% であればよい。

【0028】

次にこのように界面活性剤が添加された水溶液に高級脂肪酸系潤滑剤の粉末を加えて分散させる。例えばステアリン酸リチウムの粉末を水溶液に分散させる場合ステアリン酸リチウムの粉末は水溶液 100 cm^3 に対して 10 ~ 30 g 分散させればよい。そしてこの高級脂肪酸系潤滑剤の粉末が分散された水溶液をテフロンコートした鋼球を用いてボールミル式粉碎処理を施せばよい。ボールの直径は 5 ~ 10 mm であればよい。ボールの直径が大きすぎても小さすぎても粉碎効率が悪くなるからである。ボールの体積は処理する液体の体積とほぼ同じ体積が好ましい。このようにすると粉碎効率が最もよくなると考えられる。なおボールミル式粉碎処理に用いる容器の容量は処理する液体の体積とボールの体積の合計の 1.5 ~ 2 倍が好ましい。同様にこのようにすると粉碎効率が最もよくなると

考えられる。

【0029】

なお粉碎処理時間は概ね50～100時間が好ましい。例えばこれによりステアリン酸リチウムの粉末が最大粒径が30 μ m未満に粉碎されて液体中に浮遊分散した状態になる。

【0030】

高級脂肪酸系潤滑剤は金型の内面に塗布される。高級脂肪酸系潤滑剤を金型の内面に塗布する場合ボールミル式粉碎処理を施された水溶液を10～20倍に希釈したものを用いて塗布する。水溶液を希釈する場合、希釈された水溶液全体の重量を100重量%として、そこに含まれている高級脂肪酸系潤滑剤が0.1～5重量%となるように希釈するのが好ましい。更に好ましくは0.5～2重量%に希釈するのがよい。このように希釈することによって薄くて均一な潤滑膜を形成することができる。

【0031】

このように希釈された水溶液を例えば塗装用のスプレーガンで吹き付けて、塗布することができる。塗布する水溶液の量はおよそ1cm³/秒程度の塗布量に調整したスプレーガンを用いて、金型の大きさに合わせて適宜調整して行えばよい。例えば高級脂肪酸系潤滑剤がステアリン酸リチウムの場合には成形体の重量100部に対して0.05重量部のステアリン酸リチウムが金型の内面に付着する程度が好ましい。スプレーした塗布量と拔出圧力の関係を調べた実験からこの程度の量を塗布するのが妥当と推定される。

【0032】

なお金型の内面に潤滑剤を均一にスプレー塗布する場合、所定の位置に下パンチをセットして、そのままスプレー塗布するとパンチ付近に付着しない部分が生じるという問題がある。この場合図1に示すように予め下パンチ20を所定の位置より下げた位置にしておき、スプレーガン10で潤滑剤をスプレー塗布し、その後所定の位置に下パンチ20を押し上げてよい。あるいは図2に示すようにスプレー塗布する前に下パンチ20を金型（ダイス）40の外へ引き出し、ついてスプレーガン10を金型（ダイス）40の下方へ移動させて、下から上に向け

て潤滑剤をスプレー塗布してもよい。このように下から上に向けて潤滑剤をスプレー塗布した場合には金型（ダイス）40に付着しなかった潤滑剤が上方へ飛散するのを防ぐ目的で、余剰の潤滑剤を回収する構造にすればよい。金型（ダイス）40をこのような構造にすることで、金型（ダイス）40の内面には常に均一な潤滑剤の被膜30が形成でき、潤滑剤の塗布不良による焼き付きを防ぐことができる。さらに作業環境を悪化させることもなくなる。

【0033】

なお高級脂肪酸系潤滑剤を金型の内面に塗布する方法としてはスプレーガンでスプレー塗布する方法の他に、例えば静電ガン等の静電塗布装置を用いて塗布してもよい。

【0034】

本塗布工程に用いられる金型は粉末冶金において成形体を成形するために通常用いられる金型を用いることができる。なお高い圧力で加圧成形するので強度に優れた金型が望ましい。また金型の内面はTiNコート処理等が施され、表面の粗さが低いのが好ましい。それだけで摩擦が少なくなり、また成形体の表面も滑らかに仕上がる。

【0035】

本塗布工程で用いられる金型は加熱されている。金型が加熱されることによって、金型に塗布された高級脂肪酸系潤滑剤とその近傍の金属粉末とが共に加熱されて、高級脂肪酸系潤滑剤と金属粉末とが一定の圧力の下で化学的に結合し易くなり、金属石鹸の被膜を形成し易くなる。従って拔出圧力が少なくて済む。また金型が100℃以上に加熱されているので、高級脂肪酸系潤滑剤が分散されている水が瞬時に蒸発して、金型の内面に均一な潤滑剤の被膜を形成することができる。金型を加熱するには通常の方法で行えばよい。例えば電熱ヒーターを用いて加熱することができる。

【0036】

なおこの場合金型の温度は100℃以上に加熱されているのが好ましい。即ち金属粉末と高級脂肪酸系潤滑剤とが一定の圧力下で化学的に結合し易くなり、金属石鹸の被膜を形成し易くなると推測される。更に金型の温度は高級脂肪酸系潤

滑剤の融点未満であることが好ましい。金型の温度が融点以上であると高級脂肪酸系潤滑剤が溶融して、金型内面を下方向に流れ落ち易くなり、金型の内面に均一な潤滑剤の被膜を形成することができなくなる。また金属粉末が固まる等の問題が生じる。例えば高級脂肪酸系潤滑剤としてステアリン酸リチウムを用いた場合には金型の加熱温度はステアリン酸リチウムの融点である 220℃ 未満が好ましい。

【0037】

加圧成形工程は、加熱した金型に金属粉末を充填し、高級脂肪酸系潤滑剤が金属粉末と化学的に結合して金属石鹸の被膜を生成する圧力で金属粉末を加圧成形する工程である。

【0038】

塗布工程において高級脂肪酸系潤滑剤が塗布された金型に金属粉末を充填する。ここで用いられる金属粉末は鉄粉末等の金属粉末の他、金属間化合物粉末、金属非金属間化合物粉末でもよく、異なった種類の金属粉末が混合された混合粉末でもよい。更に金属粉末と非金属粉末との混合粉末でもよい。なおここで鉄粉末とは所謂純鉄の粉末の他、鉄を主成分とする鉄合金の粉末をも含むものとする。従ってここで用いられる金属粉末は例えば鋼粉末と黒鉛粉末との混合粉末でもよい。

【0039】

金属粉末は適切な金属粉末を用いることができ、造粒粉を用いてもよいし、粗粒粉を用いてもよい。従って粒径が 200 μm 以下で、平均粒径が 100 μm 前後である一般的な粉末冶金用の金属粉末を用いることができる。また添加用の粉末 (Gr (黒鉛)、Cu) として粒径が 40 μm 以下の一般的な粉末を用いることができる。なお金属粉末は通常用いられている混合機を用いて混合することができる。

【0040】

なお金属粉末は加熱されているのが好ましい。成形体を抜き出す抜出圧力が減少することができる。即ち金属粉末も加熱されていることにより、高級脂肪酸系潤滑剤と化学的に結合し易くなり、金属石鹸の被膜を形成しやすくなると考えら

れる。

【 0 0 4 1 】

また金属粉末は鉄粉末を含む金属粉末であることが好ましい。高級脂肪酸系潤滑剤と化学的に結合して高級脂肪酸の鉄塩の被膜を形成すると考えられる。この鉄塩の被膜は鉄粉末との結びつきが強固であり、もとの物理的に吸着していた潤滑剤以上の潤滑性能を発揮して、金型と成形体との間の摩擦力を著しく減少させて、成形体を抜き出す抜出圧力を減少させることができる。

【 0 0 4 2 】

なお金属粉末には黒鉛粉末が添加されているのが好ましい。それだけ抜出圧力が減少することができる。黒鉛粉末自体に潤滑作用があり、黒鉛粉末を添加することによって鉄粉末と金型との接触面積が減少して、抜出圧力が減少する。

【 0 0 4 3 】

更にここで用いられる金属粉末には高級脂肪酸系潤滑剤が添加されているのが好ましい。例えばステアリン酸リチウム、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸亜鉛等を金属粉末に添加してもよい。高級脂肪酸系潤滑剤の添加の割合は金属粉末全体を 1 0 0 重量%として、0. 1 重量%以上で 0. 6 重量%未満が好ましい。潤滑剤の添加量が、0. 1 重量%以上で 0. 6 重量%未満であると、金属粉末の流動性が著しく向上して金型への充填密度を高くすることができ、高密度の成形体を成形するのに有利である。但し潤滑剤の添加量が多くなるほど高圧力で成形したときの成形体の到達密度が低くなる。

【 0 0 4 4 】

金属粉末を金型で加圧成形するときの成形圧力は高級脂肪酸系潤滑剤が金属粉末と化学的に結合して金属石鹸の被膜を生成する圧力で行う。このように金属石鹸の被膜を生成する圧力で行うことにより、金型と加圧成形された成形体との間に金属石鹸の被膜が形成されると考えられる。この被膜は金属粉末との結合力が非常に強固であり、もとの物理的に吸着していた潤滑剤の被膜以上の潤滑性能を発揮し、金型と成形体との間の摩擦力を著しく減少することができる。また温間で高い成形圧力で成形されるので成形体の密度を室温成形に比べて大幅に高くすることができる。

【0045】

金型に塗布される高級脂肪酸系潤滑剤の種類によって金属石鹼の被膜が生成し形成する圧力が異なるので、用いられる高級脂肪酸系潤滑剤の種類に応じて成形圧力を定めて成形すればよい。

【0046】

例えば金型の内面に塗布する高級脂肪酸系潤滑剤としてステアリン酸リチウム等の高級脂肪酸の金属塩を用いて鉄粉末を加圧成形する場合には金型の温度は100℃以上に加熱して、600MPa以上の圧力で加圧成形することができる。即ち600MPa以上の圧力で加圧成形すると、鉄粉末と高級脂肪酸の金属塩とが化学的に結合して高級脂肪酸の鉄塩の被膜が成形体と金型との間に形成され、拔出圧力が減少する。また600MPa以上の高圧力で成形しているので、高密度の成形体を得ることができる。

【0047】

なおこの場合785MPa以上の加圧成形するのが更に好ましい。またこの場合金型の温度は120～180℃程度の設定しておくのが更に好ましい。この温度であれば高級脂肪酸の金属塩と鉄粉末とが化学的に結合して、高級脂肪酸の鉄塩の被膜を形成し易くなり、成形体の拔出圧力が著しく減少するからである。

【0048】

更にこの場合高級脂肪酸の金属塩は高級脂肪酸のリチウム塩、カルシウム塩又は亜鉛塩であることが更に好ましい。成形体を抜き出す拔出圧力が減少するからである。

【0049】

なおこのように成形された成形体は通常の方法で抜き出せばよい。金属石鹼の被膜が金型と成形体の間に形成されているので、従来と比較して減少した拔出圧力で成形体を抜き出すことができる。また高い成形圧力で成形されているので、高密度の成形体を得ることができる。

【0050】

【実施例】

〔実施例〕

実施例として高級脂肪酸系潤滑剤を調整し、粉末成形体を成形した。また比較のため比較例として粉末成形体を成形した。

(高級脂肪酸系潤滑剤の調整)

①高級脂肪酸系潤滑剤として融点が約 2 2 5℃であるステアリン酸リチウム (LiSt) の粉末を用意し、このステアリン酸リチウムの粉末を水に分散させた。

【0 0 5 1】

表 1 は水にステアリン酸リチウムの粉末を分散させる条件を示し、水に分散されたステアリン酸リチウムの最大粒径が 3 0 μ m 未満のものを No. 1 ~ 4 とし、最大粒径が 3 0 μ m 以上のものを No. 5 とした。なおここで最大粒径には個々の粒子が凝集したものも含む。

【0 0 5 2】

【表 1】

	界面活性剤添加量	LiSt量 / 1 0 0 c m ³	粉碎処理時間	希釈倍率
No. 1	1 5 体積%	2 5 g	1 0 0 時間	2 0
No. 2	3 体積%	1 2 . 5 g	1 0 0 時間	1 0
No. 3	1 . 5 体積%	1 2 . 5 g	1 0 0 時間	1 0
No. 4	1 5 体積%	2 5 g	5 0 時間	2 0
No. 5	1 5 体積%	2 5 g	5 時間	2 0

【0 0 5 3】

②ステアリン酸リチウムを分散させるのに際して、まず水に界面活性剤と消泡剤を添加して、界面活性剤と消泡剤が添加されている水溶液を作製した。

【0 0 5 4】

界面活性剤としてはポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル (EO) 6、(EO) 1 0 及びホウ酸エステルエマルボン T - 8 0 を用いた。

【0 0 5 5】

表 1 の界面活性剤添加量の欄に、水溶液の体積を 1 0 0 体積%として No. 1 ~ 5 におけるこれら 3 種類の界面活性剤全体の添加量を示す。(EO) 6、(EO) 1 0 及びホウ酸エステルエマルボン T - 8 0 の体積比は (EO) 6 : (EO

) 1 0 : ホウ酸エステルエマルボン T - 8 0 = 1 : 1 : 1 であった。

【 0 0 5 6 】

消泡剤はシリコン系の消泡剤を用い、水溶液の体積を 1 0 0 体積%として 0.3 体積%添加した。

【 0 0 5 7 】

③界面活性剤を添加した水溶液にステアリン酸リチウムの粉末を加えて分散した。水溶液 100 cm^3 に対して分散させるステアリン酸リチウムの粉末の量は表 1 に示した通りである。

【 0 0 5 8 】

次にこのステアリン酸リチウムの粉末を分散した水溶液をテフロンコートした鋼球を用いてボールミル式粉碎処理を施した。鋼球の直径は 1 0 mm であった。用いられたボールの体積は処理された水溶液の体積とほぼ同一の体積であった。ボールミル式粉碎処理を施すために用いた容器の容量は水溶液とボールの体積に対して約 2 倍であった。粉碎処理に要した時間は表 1 に示した。この粉碎処理によってステアリン酸リチウムの粉末が水溶液中に浮遊分散した状態となった。

【 0 0 5 9 】

更にこのステアリン酸リチウムの粉末が浮遊分散した水溶液を水で希釈した。希釈倍率は表 1 に示した。

【 0 0 6 0 】

④ 1 cm^3 / 秒程度の塗布量に調整した塗装用スプレーガンを用いて、この希釈した水溶液を 150°C に加熱した金型の内面にスプレー塗布を行った。

【 0 0 6 1 】

⑤図 3 は No. 1、No. 4 及び No. 5 におけるステアリン酸リチウムが 150°C に加熱された金型に塗布された時の付着した状態を示す写真である。No. 1 は細かな粒子が均一に付着していた。No. 4 ではわずかに粗い粒子が見られたが、粒径が $30\text{ }\mu\text{m}$ 以上のものは見られなかった。No. 5 では粒径が $30\text{ }\mu\text{m}$ 以上の粗い粒子が認められた。なお No. 5 ではスプレー塗布によるステアリン酸リチウムの被膜が不均一であるばかりでなく、ステアリン酸リチウムの粒子が水溶液中に沈殿してしまい、常時ステアリン酸リチウムの粉末を分散した水

溶液を攪拌していなければスプレーガンによるスプレー塗布自体がうまくいかなかった。

(粉末成形体の成形)

①実施例

実施例 1 から 4 として上述の (高級脂肪酸系潤滑剤の調整) で作製した No. 1 から 4 の潤滑剤を用いて粉末成形体を成形した。

【0062】

上述した No. 1 ~ 4 の潤滑剤を 150℃ に加熱した金型の内面にスプレー塗布した。金型は内面に TiN コート処理を施して表面粗さを十点平均粗さ (JIS B0601) で 0.4 Z に仕上げた $\phi 17\text{ mm}$ の超硬金型を用いた。

【0063】

次に 150℃ に加熱した金属粉末を上記金型に充填し、圧力 785 MPa で加圧成形して成形体を作製した。金属粉末は実施例 1 から 4 まで同一の金属粉末を用いた。川崎製鉄 (株) 製 KIP103V 合金鋼粉 (以下適宜「103V」と略す) に黒鉛粉と内部潤滑剤としてステアリン酸リチウムの粉末とを添加して、1 時間回転混合した金属粉末である。黒鉛粉及びステアリン酸リチウムの粉末の添加の量は、金属粉末全体の重量を 100 重量% として、黒鉛粉は 0.5 重量% であり、ステアリン酸リチウムの粉末は 0.3 重量% であった。なお川崎製鉄 (株) 製 KIP103V 合金鋼粉の組成は、Fe - 1 重量% Cr - 0.3 重量% Mo - 0.3 重量% V であった。

【0064】

②比較例 1

金型に塗布した潤滑剤の比較のために、日本バルカー工業社製のスプレータイプ潤滑剤乾性フッ素樹脂 U-NONS (以下適宜「U-NONS」と略す) を金型の内面に塗布した。後は実施例と同様の条件で粉末成形体を成形した。これを比較例 1 とする。

【0065】

③比較例 2

金属粉末に添加した内部潤滑剤の比較のために、内部潤滑剤として添加された

0. 3 重量%のステアリン酸リチウムの粉末の代わりに、0. 8 重量%のステアリン酸リチウムの粉末を添加した金属粉末を用いた。

【0 0 6 6】

なお金型の内面には潤滑剤を塗布しなかった。金型及び金属粉末を加熱せずに室温で金属粉末を成形して粉末成形体を作製した。なお金型は実施例と同一のものを用い、成形圧力も同一とした。これを比較例 2 とする。

【0 0 6 7】

④比較例 3

同様に金属粉末に添加した内部潤滑剤の比較のため、内部潤滑剤として添加された 0. 3 重量%のステアリン酸リチウムの粉末の代わりに、0. 8 重量%のステアリン酸亜鉛 (Z n S t) の粉末を添加した金属粉末を用いた。

【0 0 6 8】

なお金型の内面には潤滑剤を塗布しなかった。金型及び金属粉末を加熱せずに室温で金属粉末を成形して粉末成形体を作製した。金型は実施例と同一のものを用い、成形圧力も同一とした。これを比較例 3 とする。

【0 0 6 9】

⑤実施例 1 ～ 4 及び比較例 1 ～ 3 の抜出圧力及び成形体密度を表 2 に示す。

【0 0 7 0】

【表 2】

	潤滑剤	成形温度	抜出圧力 (MPa)	成形体密度 (g/cm^3)
実施例 1	N o. 1	1 5 0 °C	8 . 0	7 . 3 7
実施例 2	N o. 2	1 5 0 °C	7 . 3	7 . 3 7
実施例 3	N o. 3	1 5 0 °C	7 . 5	7 . 3 7
実施例 4	N o. 4	1 5 0 °C	9 . 0	7 . 3 7
比較例 1	U - N O N S	1 5 0 °C	1 1 . 9	7 . 3 6
比較例 2	L i S t	室温	1 4 . 2	7 . 1 5
比較例 3	Z n S t	室温	1 6 . 2	7 . 2 0

【0 0 7 1】

表 2 から明らかなように室温で成形した比較例 2 と比較例 3 に比較して、実施例 1 から 4 まですべて抜出圧力が著しく低く、また成形体密度が高かった。また

市販の潤滑剤（U-N-O-N-S）を金型の内面に塗布して成形した比較例 1 と比較しても、実施例 1 から 4 は拔出圧力が著しく低かった。

【0072】

また実施例 1 から 4 は成形体の表面状態が極めて良好であった。これに対して比較例 1 では成形体の表面が黒っぽくなった。また比較例 3 ではかじりが成形体の一部に発生し、また表面状態も悪かった。

【0073】

〔評価試験〕

成形圧力と拔出圧力との関係、成形圧力と成形体密度の関係を調べるため以下の評価試験を行った。

【0074】

（評価試験 1）

成形圧力と拔出圧力の関係及び成形圧力と成形体密度との関係を評価するための評価試験を行った。393MPa、490MPa、588MPa、686MPa、785MPa、883MPa、981MPa等の圧力で金属粉末を成形し、それぞれの成形圧力毎の拔出圧力、成形体密度を測定した。

【0075】

金型は上述の〔実施例〕の（粉末成形体の成形）で用いたのと同じの金型を用いた。なお以下の評価試験において用いた金型はすべて上述の〔実施例〕の（粉末成形体の成形）で用いた金型と同一である。即ち内面にTiNコート処理を施して表面粗さを十点平均粗さ（JISB0601）で0.4Zに仕上げたφ17mmの超硬金型である。

【0076】

金型の内面に塗布する潤滑剤として上述の〔実施例〕の（高級脂肪酸系潤滑剤の調整）で作製したNo. 2のステアリン酸リチウム（LiSt）を用いた。なお以下の評価試験において金型の内面に塗布するステアリン酸リチウムはこのNo. 2のステアリン酸リチウムを用いた。なお金型の内面への潤滑剤の塗布は成形温度に加熱された金型にスプレー塗布することによって行った。なお以下の評価試験においても同様である。

【0077】

150℃に加熱した金型に150℃に加熱した金属粉末を充填した。なお以下に記載において金型の温度及び充填される金属粉末の温度を成形温度という。

【0078】

金属粉末は上述の【実施例】の（粉末成形体の成形）の実施例で用いた金属粉末と同一の金属粉末を用いた。即ち川崎製鉄（株）製のKIP103V合金鋼粉に黒鉛粉末と内部潤滑剤としてステアリン酸リチウムの粉末とを添加して、1時間回転混合した金属粉末である。黒鉛粉末及びステアリン酸リチウムの粉末の添加の量は、金属粉末全体の重量を100重量%として、黒鉛粉末は0.5重量%であり、ステアリン酸リチウムの粉末は0.3重量%であった。

【0079】

比較のために金型の内面に塗布する潤滑剤として上述の（粉末成形体の成形）の比較例1で用いたU-NONSを用いた。金属粉末については、同様に（粉末成形体の成形）の実施例で用いた金属粉末と同一の金属粉末を用いた。

【0080】

更に比較のため金属粉末として、金属粉末全体の重量を100重量%としてAstaloy85Moに0.8重量%の黒鉛（C）と0.6重量%の潤滑剤とが添加されたヘガネス社製の温間成形用粉末であるDensmixを用いた。この金属粉末には潤滑剤が含まれているため、金型の内面には潤滑剤を塗布しなかった。

【0081】

図4に金型の内面にステアリン酸リチウムを塗布し、上述したKIP103V合金鋼粉に黒鉛粉末とステアリン酸リチウムの粉末を添加した金属粉末を用いた場合（List金型潤滑）、金型の内面にU-NONSを塗布し、同様にKIP103V合金鋼粉に黒鉛粉末とステアリン酸リチウムの粉末を添加した金属粉末を用いた場合（U-NONS金型潤滑）、金型の内面には潤滑剤を塗布せずに金属粉末としてDensmixを用いた場合（Densmix粉末）の成形圧力と拔出圧力との関係を示す。金型の内面にステアリン酸リチウムを塗布した場合は上記圧力で成形した場合の拔出圧力を示すが、U-NONSを塗布した場合は3

92MPa、588MPa、785MPa、981MPaで成形した場合の抜出圧力を示し、金属粉末としてDensmixを用いた場合は392MPa、588MPa、686MPa、785MPa、981MPaで成形した場合の抜出圧力を示す。

【0082】

金属粉末としてDensmixを用いた場合には抜出圧力は成形圧力の増加と共に高くなった。金型の内面にU-NONSを塗布した場合もDensmixを用いた場合と比較するとその値は小さくなるが、成形圧力の増加と共に抜出圧力は高くなった。

【0083】

これに対して金型の内面にステアリン酸リチウムを塗布した場合には、成形圧力が588MPaまでは抜出圧力は増加したが、686MPa以上の成形圧力になると逆に抜出圧力が低下し、U-NONSを塗布した場合及び金属粉末としてDensmixを用いた場合よりも抜出圧力が著しく低下している。これは本発明の粉末冶金における粉末成形体の成形方法の最大の特徴である。

【0084】

なおデータには示していないが、金型の内面にステアリン酸リチウムを塗布した場合には成形体の表面状態は極めて良好であった。これに対して金属粉末としてDensmixを用いた場合、金型の内面にU-NONSを塗布した場合には成形体の表面にかじり等が発生して、良好な表面の成形体を得ることができなかった。

【0085】

図5に金型の内面にステアリン酸リチウムを塗布し、上述したKIP103V合金鋼粉に黒鉛粉末とステアリン酸リチウムの粉末を添加した金属粉末を用いた場合（LiSt金型潤滑）、金型の内面にU-NONSを塗布し、同様にKIP103V合金鋼粉に黒鉛粉末とステアリン酸リチウムの粉末を添加した金属粉末を用いた場合（U-NONS金型潤滑）、金型の内面には潤滑剤を塗布せずに金属粉末としてDensmixを用いた場合（Densmix粉末）の成形圧力と成形体密度との関係を示す。ステアリン酸リチウムを塗布した場合には上

記圧力で成形した場合の成形体密度を示すが、U-NONSを塗布した場合については392MPa、588MPa、785MPa、の圧力で成形した場合の成形体密度を示し、金属粉末としてDensmixを用いた場合については392MPa、490MPa、588MPa、686MPa、785MPa、981MPaの圧力で成形した場合の成形体密度を示す。

【0086】

成形体密度は成形圧力が高いほど高い値が得られる。ステアリン酸リチウム又はU-NONSを金型の内面に塗布した場合は概ね同じ値が得られ、 7.4 g/cm^3 以上の高い値となった。但し金属粉末としてDensmixを用いた場合には 7.3 g/cm^3 以上にはならなかった。

【0087】

(評価試験2)

成形温度を105℃、125℃、150℃と設定し、金型の内面に潤滑剤としてステアリン酸リチウムを塗布した場合の成形圧力と抜出圧力の関係及び成形圧力と成形体密度の関係を調べるために評価試験を行った。

【0088】

金属粉末としては、ヘガネス社製の純鉄粉末ASC100-29を用いた。また内部潤滑剤は添加しなかった。即ち金属粉末として純鉄粉末のみを用いた場合の評価試験であった。

【0089】

393MPa、490MPa、588MPa、686MPa、785MPa、981MPaの成形圧力で金属粉末を成形し、それぞれの成形圧力毎の抜出圧力と成形体密度を測定した。但し150℃については1176MPaの圧力でも成形し、抜出圧力と成形体密度を測定した。

【0090】

図6にそれぞれの温度における成形圧力と抜出圧力の関係を示す。105℃、125℃及び150℃のいずれの温度においても586MPaで成形した場合に抜出圧力が最大であった。686MPa以上の成形圧力ではむしろ抜出圧力が減少した。

【0091】

図7にそれぞれの温度における成形圧力と成形体密度の関係を示す。105℃、125℃及び150℃のいずれの温度においても成形圧力が増大すると成形体密度が増大した。

【0092】

図6と図7からステアリン酸リチウムを金型に塗布する潤滑剤として用いて、成形体を成形した場合には、686MPa以上の圧力で成形すると抜出圧力が減少すると共に高密度の成形体を得ることができることが分かる。

【0093】

(評価試験3)

成形温度を105℃に設定し、金型の内面に潤滑剤としてステアリン酸リチウム、ステアリン酸カルシウム又はステアリン酸亜鉛を塗布した場合の成形圧力と抜出圧力との関係及び成形圧力と成形体密度との関係を調べるために評価試験を行った。

【0094】

ステアリン酸カルシウムとステアリン酸亜鉛は上述の〔実施例〕の(高級脂肪酸系潤滑剤の調整)のNo. 2と同様の方法で作製したものをを用いた。なお以下の評価試験において金型の内面に塗布されるステアリン酸カルシウムとステアリン酸亜鉛についても同様である。

【0095】

金属粉末としては、ヘガネス社製の純鉄粉末ASC100-2.9を用いた。また内部潤滑剤は添加しなかった。即ち金属粉末として純鉄粉末のみを用いた評価試験であった。

【0096】

393MPa、490MPa、588MPa、686MPa、785MPa、981MPa等の成形圧力で成形した場合の成形圧力毎の抜出圧力及び成形密度を測定した。

【0097】

図8にステアリン酸リチウム(LiSt)、ステアリン酸カルシウム(CaS

t) 又はステアリン酸亜鉛 (Z n S t) を用いた場合におけるそれぞれの成形圧力と拔出圧力の関係を示す。ステアリン酸リチウムとステアリン酸亜鉛については 5 8 8 M P a で成形したときに拔出圧力が最大であった。6 8 6 M P a 以上については減少した。ステアリン酸カルシウムについては 4 9 0 M P a で成形したときに拔出圧力が最大であった。5 8 8 M P a 以上では拔出圧力は減少した。

【0 0 9 8】

図 9 にステアリン酸リチウム (L i S t) 、ステアリン酸カルシウム (C a S t) 又はステアリン酸亜鉛 (Z n S t) を用いた場合におけるそれぞれの成形圧力と成形体密度の関係を示す。いずれを用いても概ね同一であり、成形圧力が増大すると成形体密度が増大した。

【0 0 9 9】

(評価試験 4)

成形温度を 1 2 5 ℃ に設定し、金型の内面に潤滑剤としてステアリン酸リチウム、ステアリン酸カルシウム等を塗布した場合の成形圧力と拔出圧力との関係及び成形圧力と成形体密度との関係を調べるための評価試験を行った。

【0 1 0 0】

ステアリン酸リチウム、ステアリン酸カルシウムについては評価試験 3 と同一のものを用了。また金属粉末は、評価試験 3 と同様に、ヘガネス社製の純鉄粉末 A S C 1 0 0 - 2 9 を用了。また内部潤滑剤は添加しなかった。即ち金属粉末として純鉄粉末のみを用了評価試験であった。

【0 1 0 1】

3 9 3 M P a 、4 9 0 M P a 、5 8 8 M P a 、6 8 6 M P a 、7 8 5 M P a 、9 8 1 M P a 等の成形圧力で成形した場合の成形圧力毎の拔出圧力及び成形密度を測定した。

【0 1 0 2】

図 1 0 にステアリン酸リチウム (L i S t) 又はステアリン酸カルシウム (C a S t) を用いた場合におけるそれぞれの成形圧力と拔出圧力の関係を示す。ステアリン酸リチウムは 5 8 8 M P a で成形したときに拔出圧力が最大であった。6 8 6 M P a 以上については拔出圧力は減少した。ステアリン酸カルシウムは 4

9 0 M P a で成形したときに抜出圧力が最大であった。5 8 8 M P a 以上については抜出圧力は減少した。

【 0 1 0 3 】

図 1 1 にステアリン酸リチウム又はステアリン酸カルシウムを用いた場合におけるそれぞれの成形圧力と成形体密度との関係を示す。いずれを用いても概ね同一であり、成形圧力が増大すると成形体密度が増大した。

【 0 1 0 4 】

評価試験 3、評価試験 4 から、ステアリン酸リチウム、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸亜鉛のいずれを金型の内面に塗布する潤滑剤として用いても、一定の成形温度で一定の圧力以上で成形すると抜出圧力が減少し、また成形体密度の高い成形体を得られることが分かる。

（評価試験 5）

成形温度を 1 5 0 ℃ に設定し、金型の内面に潤滑剤としてステアリン酸リチウムを塗布し、鉄粉末に黒鉛を添加した場合の成形圧力と抜出圧力との関係及び成形圧力と成形体の密度との関係を調べるために評価試験を行った。

【 0 1 0 5 】

この評価試験に用いた金属粉末は鉄粉末としてヘガネス社製 A S C 1 0 0 - 2 9 を用い、この鉄粉末のみの金属粉末、金属粉末全体の重量を 1 0 0 重量%としてこの鉄粉末に 0 . 5 重量%の黒鉛 (C) を添加した金属粉末、この鉄粉末に 1 重量%の黒鉛 (C) を添加した金属粉末の三種類を用いた。5 8 8 M P a、7 8 5 M P a、9 8 1 M P a 等の成形圧力で成形した場合の成形圧力毎の抜出圧力及び成形密度を測定した。

【 0 1 0 6 】

図 1 2 に金属粉末が鉄粉末のみ (F e)、0 . 5 重量%の黒鉛を添加した鉄粉末 (F e - 0 . 5 % C) 及び 1 重量%の黒鉛を添加した鉄粉末 (F e - 1 % C) の場合の成形圧力と抜出圧力の関係を示す。いずれの場合も成形圧力が増大しても抜出圧力は減少した。鉄粉末のみの場合の方が黒鉛が添加されている場合と比較して抜出圧力が高かった。黒鉛が添加されている場合は 1 重量%添加されている方が 0 . 5 重量%添加されている場合よりも抜出圧力は減少した。

【0107】

図13に金属粉末が鉄粉末のみ(Fe)、0.5重量%の黒鉛を添加した鉄粉末(Fe-0.5%C)、1重量%の黒鉛を添加した鉄粉末(Fe-1%C)の場合の成形圧力と成形体密度の関係を示す。いずれの場合も成形圧力が増大すると成形体密度も増大した。鉄粉末のみの場合の方が黒鉛が添加されている場合と比較して成形体密度が高かった。黒鉛が添加されている場合は0.5重量%添加されている方が1重量%添加されている場合により成形体密度が高かった。

【0108】

以上のことから鉄粉末に黒鉛を多く添加すると抜出圧力は多く減少するが、成形体密度は低下することが分かる。また黒鉛の添加によって、見かけ上の真空度が低下するため、密度比で表すとほぼ同じ値となる。

(評価試験6)

成形温度を室温に設定し、金型の内面には潤滑剤を塗布しないで、金属粉末に内部潤滑剤を添加した場合の成形圧力と抜出圧力との関係及び成形圧力と成形体の密度との関係を調べるために評価試験を行った。

【0109】

金属粉末は鉄粉末として川崎製鉄(株)製のKIP103V合金鋼粉末を用い、金属粉末全体の重量を100重量%としてこの鉄粉末に0.5重量%の黒鉛(C)及び0.8重量%の内部潤滑剤を添加した金属粉末(103V-0.5%C+0.8%Lub.)を用いた。内部潤滑剤は、ステアリン酸リチウム、ステアリン酸亜鉛又はステアリン酸カルシウムを用いた。

【0110】

これら3種類の内部潤滑剤を用いた場合について、それぞれ393MPa、490MPa、588MPa、686MPa、785MPa、981MPa等の成形圧力で成形した場合の成形圧力毎の抜出圧力及び成形密度を測定した。

【0111】

図14に内部潤滑剤としてステアリン酸リチウム(LiSt)、ステアリン酸亜鉛(ZnSt)又はステアリン酸カルシウム(CaSt)を用いた場合の成形圧力と抜出圧力の関係を示す。ステアリン酸亜鉛の場合は成形圧力が増大すると

拔出圧力も増大した。ステアリン酸リチウムの場合は成形圧力が 6 8 6 M P a のときに拔出圧力が最大であり、7 8 5 M P a のときに拔出圧力は減少したが、9 8 1 M P a では再び増大した。加熱した金型の内面に潤滑剤を塗布した評価試験 2、評価試験 3、評価試験 4 等のような拔出圧力の著しい減少は見られなかった。ステアリン酸カルシウムについても 7 8 5 M P a でやや減少したが、9 8 1 M P a では再び増大した。やはり加熱した金型の内面に潤滑剤を塗布した評価試験 2、評価試験 3、評価試験 4 等のような拔出圧力の著しい減少は見られなかった。

【0 1 1 2】

図 1 5 に内部潤滑剤としてステアリン酸リチウム (L i S t)、ステアリン酸亜鉛 (Z n S t) 又はステアリン酸カルシウム (C a S t) を用いた場合の成形圧力と成形体密度の関係を示す。いずれの場合も成形圧力の増大すると成形体密度も増大した。但し評価試験 2、評価試験 3、評価試験 4 の場合と比較すると成形体密度は低かった。成形体密度を高めようとするには内部潤滑剤の添加量を減らして加熱した方がよいと推測される。

(評価試験 7)

成形温度を 1 5 0℃に設定し、金型の内面に潤滑剤を塗布しない場合と金型の内面にステアリン酸リチウムを塗布した場合とで、金属粉末を成形した場合の成形圧力と拔出圧力との関係を調べるために評価試験を行った。

【0 1 1 3】

金型の内面に潤滑剤を塗布しない場合は A s t a l o y 8 5 M o に金属粉末全体の重量を 1 0 0 重量%として 0. 8 重量%の黒鉛と 0. 6 重量%の潤滑剤とが添加されたヘガネス社製の温間成形用粉末である D e n s m i x を用いた。金型にステアリン酸リチウムが塗布された場合は、金属粉末全体の重量を 1 0 0 重量%として A s t a l o y 8 5 M o に 0. 8 重量%の黒鉛と 0. 2 重量%の潤滑剤が添加されたヘガネス社製の温間成形用粉末である D e n s m i x を用いた。4 9 0 M P a、5 8 8 M P a、6 8 6 M P a、7 8 5 M P a、9 8 1 M P a 等の成形圧力で成形した場合の成形圧力毎の拔出圧力を測定した。

【0 1 1 4】

図 16 に金型の内面に潤滑剤としてステアリン酸リチウムを塗布した場合 (Densmix (0.2% Lub.) + LiSt 金型潤滑) と潤滑剤を塗布しなかった場合 (Densmix (0.6% Lub.)) の成形圧力と抜出圧力の関係を示す。

【0115】

金型の内面にステアリン酸リチウムを塗布した場合は 785 MPa の圧力で成形した場合に著しく抜出圧力が減少し、981 MPa ではほぼ同じであった。金型の内面に潤滑剤を塗布しなかった場合は塗布した上述の場合よりも抜出圧力は高く、かつ成形圧力の増加と共に抜出圧力も増加し、981 MPa でやや減少したにすぎない。

【0116】

(評価試験 8)

成形温度を 150℃ に設定し、金型の内面に潤滑剤としてステアリン酸リチウムを塗布し、金属粉末として高強度焼結材料として実用性の高い各種低合金鋼粉末を用いた場合の成形圧力と抜出圧力の関係、成形圧力と成形体密度の関係を調べるための評価試験を行った。

【0117】

金属粉末は 4 種類用意した。いずれも低合金鋼粉末に黒鉛の粉末と内部潤滑剤としてステアリン酸リチウムの粉末を添加した。低合金鋼粉末はいずれも川崎製鉄 (株) 製のアトマイズ粉末であって、KIP103V、5MoS、30CRV であった。KIP103V の組成は Fe-1 重量%Cr-0.3 重量%Mo-0.3 重量%V であった。5MoS の組成は Fe-0.6 重量%Mo-0.2 重量%Mn であった。30CRV の組成は Fe-3 重量%Cr-0.3 重量%Mo-0.3 重量%V であった。

【0118】

この KIP103V に、金属粉末全体の重量を 100% として、0.3 重量%の黒鉛の粉末と 0.3 重量%のステアリン酸リチウムの粉末を添加した金属粉末 (103V-0.3% C+0.3% LiSt) を調整した。

【0119】

同じくこの K I P 1 0 3 V に、金属粉末全体の重量を 1 0 0 % として、0. 5 重量%の黒鉛の粉末と 0. 3 重量%のステアリン酸リチウムの粉末を添加した金属粉末 (1 0 3 V - 0. 5 % C + 0. 3 % L i S t) を調整した。

【 0 1 2 0 】

また 5 M o S に、金属粉末全体の重量を 1 0 0 % として、0. 2 重量%の黒鉛の粉末と 0. 3 重量%のステアリン酸リチウムの粉末を添加した金属粉末 (5 M o S - 0. 2 重量% C + 0. 3 重量% L i S t) を調整した。

【 0 1 2 1 】

更に 3 0 C R V に、金属粉末全体の重量を 1 0 0 % として、1 重量%の黒鉛の粉末と 0. 3 重量%のステアリン酸リチウムの粉末を添加した金属粉末 (3 0 C R V - 1 % C + 0. 3 % L i S t) を調整した。

【 0 1 2 2 】

これら 4 種類の金属粉末をそれぞれ 5 8 8 M P a 、 6 8 6 M P a 、 7 8 5 M P a 、 9 8 1 M P a 等の成形圧力で成形した場合の成形圧力毎の抜出圧力及び成形密度を測定した。

【 0 1 2 3 】

図 1 7 にこれら 4 種類の金属粉末を用いた場合の成形圧力と抜出圧力の関係を示し、図 1 8 にこれら 4 種類の金属粉末を用いた場合の成形圧力と成形体密度の関係を示す。

【 0 1 2 4 】

これらの図から理解できるように、いずれの組成の金属粉末においても概ね同じ傾向を示した。即ちいずれの金属粉末においても 5 8 8 M P a の成形圧力で成形した場合に最も抜出圧力が高くなり、成形圧力が高くなるほど、抜出圧力が減少した。また得られる成形体密度については、成形圧力が高いほど高密度となった。

【 0 1 2 5 】

これらの結果から、本発明の粉末冶金における粉末成形体の成形方法で成形することによって、実用的な低合金鋼粉末を高密度にしかも低い抜出圧力で成形できることが明らかになった。

【0126】

(評価試験9)

成形温度を150℃に設定し、金型の内面に潤滑剤としてステアリン酸リチウムを塗布し、2種類の金属粉末をそれぞれ成形した場合の成形圧力と抜出圧力の関係の関係を調べるための評価試験を行った。また成形体の表面にステアリン酸鉄の被膜が生成しているかを調べた。

【0127】

金属粉末は川崎製鉄(株)製のKIP103Vとヘガネス社製のASC100-29を用いた。上述したようにKIP103Vは、全体を100重量%として鉄粉末にCr粉末が1重量%、Mo粉末が0.3重量%、V粉末が0.3重量%添加された混合粉末(Fe-1重量%Cr-0.3重量%Mo-0.3重量%V)であった。これに対してASC100-29は純鉄(Fe)であった。

【0128】

KIP103Vを用いた場合の成形圧力は588MPa、686MPa、785MPa、883MPa、981MPaで行い、それぞれの場合の抜出圧力を測定した。ASC100-29を用いた場合の成形圧力は393MPa、490MPa、588MPa、686MPa、785MPa、883MPa、981MPaで行い、それぞれの場合の抜出圧力を測定した。

【0129】

図19にこれら2種類の金属粉末を用いた場合の成形圧力と抜出圧力の関係を示す。この図から理解できるようにKIP103Vを用いた方が、ASC100-29を用いた場合よりも抜出圧力が高かった。即ち純鉄であるASC100-29の方が鉄にCr、Mo、V等が添加されているKIP103Vよりも抜出圧力が少なく済んだことが分かる。ここから金属粉末に含まれている鉄の割合が多い方が金型の内面に接触する鉄の量が多くなり、それだけステアリン酸鉄を生成しやすいと推定される。

【0130】

そこでKIP103V及びASC100-29の両者について588MPaで成形した場合また981MPaで成形した場合に成形体の表面にステアリン酸鉄

の被膜が生成しているかを調べた。ステアリン酸鉄の被膜の検出は後述する〔拔出圧力低下減少の解析〕と同様にTOF-SIMSで分析することによって行った。

【0131】

KIP103Vを成形した場合には588MPaの成形圧力では成形体の表面からステアリン酸鉄の被膜は検出されなかったが、981MPaの成形圧力においてはステアリン酸鉄の被膜が検出された。即ち981MPaの成形圧力においてステアリン酸鉄の被膜が生成していたことが確認された。一方ASC100-29を成形した場合には588MPa及び981MPaの成形圧力において共にステアリン酸鉄の被膜が成形体の表面から検出された。即ち成形体の表面にステアリン酸鉄の被膜が生成したことが分かる。588MPaの成形圧力では純鉄であるASC100-29ではステアリン酸鉄が生成されたが、鉄合金であるKIP103Vではステアリン酸鉄が生成されなかった結果とASC100-29の方がKIP103Vよりも拔出圧力が少なく済むということを考慮すると、ステアリン酸鉄の被膜の存在が拔出圧力を減少させていると考えられる。

【0132】

なお同じ条件で、金型の表面にステアリン酸リチウムの代わりにステアリン酸亜鉛を塗布してKIP103V、ASC100-29をそれぞれ成形したところ、981MPaにおいて共にステアリン酸鉄が検出された。またステアリン酸カルシウムを塗布した場合にも同様に981MPaにおいてKIP103V、ASC100-29の両者ともステアリン酸鉄が検出された。このことからステアリン酸カルシウム、ステアリン酸亜鉛等を金型の内面に塗布しても拔出圧力を減少させる効果があると考えられる。

【0133】

〔拔出圧力低下現象の解析〕

更に潤滑剤としてステアリン酸リチウムを金型の内面に塗布して成形体を成形した場合に成形圧力が高くなると却って成形体の拔出圧力が低下する現象を解析するために以下の解析試験を行った。

【0134】

金型としては、上述の〔実施例〕の（粉末成形体の成形）で用いたのと同じの金型を用い、この金型を150℃まで加熱した。そして上述の（高級脂肪酸の調整）で作製したNo. 2のステアリン酸リチウムをこの金型の内面にスプレー塗布した。金属粉末として川崎製鉄（株）製KIP103V合金鋼粉末を用いた。この合金鋼粉末を150℃にまで加熱して、金型に充填し、588MPaと981MPaの2種類で加圧成形して成形体を成形した。

【0135】

2種類の成形圧力で成形された成形体の表面をTOF-SIMSで分析した。分析結果を図20に示す。

【0136】

図20から分かるように588MPaの成形圧力で成形された成形体の表面からはステアリン酸リチウムが検出されたが、ステアリン酸鉄はほとんど検出されなかった。一方981MPaの成形圧力で成形された成形体の表面からはステアリン酸鉄が検出された。

【0137】

このことは588MPaで成形された成形体では鉄粉の表面に潤滑剤であるステアリン酸リチウムが物理的に吸着しているだけであるが、981MPaで成形された成形体では鉄粉の表面にステアリン酸鉄が化学吸着していることを示している。このステアリン酸鉄は金属石鹸であって、ステアリン酸リチウムが鉄との化学結合により生じたものである。

【0138】

このように化学吸着した被膜は物理吸着した潤滑剤の被膜よりも強い潤滑作用があり、本発明のように高圧力の成形においては、極めて優れた潤滑性能を示すと考えられる。

【0139】

【発明の効果】

本発明の成形方法は、一回の成形と焼結だけで高密度の焼結体を製造することができる。

【0140】

本発明の成形方法は成形体を金型から抜き出すときの拔出圧力を減少することができる。その結果として成形体の表面の状態が極めて良好となり、成形体の寸法精度も安定して確保できる。また高圧力で金属粉末を成形するので高密度の粉末成形体を得ることができる。

【 0 1 4 1 】

本発明の成形方法は金型の低い拔出圧力で成形体を抜き出すことができるので、金型の摩耗を著しく減少することができ、また金型の寿命が大幅に向上して金型に対するコストを減少することができる。

【 0 1 4 2 】

本発明の成形方法において、水に分散された高級脂肪酸系潤滑剤を用いる場合には、潤滑剤をその融点以下の温度に加熱された金型の内面に均一に塗布できる。また有機溶媒を使用しないので環境汚染の心配もない。

【 0 1 4 3 】

本発明の成形方法において、金型の温度が高級脂肪酸系潤滑剤の融点未満の場合には、高級脂肪酸系潤滑剤が液状となることによる金属粉末の固化等の問題が生じない。

【 0 1 4 4 】

本発明の成形方法において、金属粉末が加熱されている場合には、高密度の成形体を成形することができる。また粉末成形体の拔出圧力を減少することができる。

【 0 1 4 5 】

本発明の成形方法において、金属粉末に高級脂肪酸系潤滑剤が 0. 1 重量%以上で 0. 6 重量%未満添加されている場合には金属粉末の流動性が向上し、金属粉末の充填密度を高くすることができる。

【 0 1 4 6 】

1 0 0℃以上に加熱された金型の内面に高級脂肪酸の金属塩を塗布する塗布工程と、金型に鉄粉末を充填し、6 0 0 M P a 以上で該鉄粉末を加圧成形する加圧成形工程とを含む粉末成形体の成形方法の場合には、拔出圧力を減少することができ、また成形体密度を高くすることができる。また高級脂肪酸の金属塩が高級

脂肪酸のリチウム塩、カルシウム塩又は亜鉛塩である場合も同様である。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 スプレーガンで金型の内面に高級脂肪酸系潤滑剤を塗布する様子を概略的に示した図である。

【図 2】 スプレーガンで金型の内面に高級脂肪酸系潤滑剤を塗布する様子を概略的に示した図である。

【図 3】 No. 1、No. 4 及び No. 5 におけるステアリン酸リチウムが 150℃ に加熱された金型に塗布された時の付着した状態を示す写真である。

【図 4】 評価試験 1 における成形体の成形圧力と拔出圧力の関係を示した図である。

【図 5】 評価試験 1 における成形体の成形圧力と成形体密度の関係を示した図である。

【図 6】 評価試験 2 における成形体の成形圧力と拔出圧力の関係を示した図である。

【図 7】 評価試験 2 における成形体の成形圧力と成形体密度の関係を示した図である。

【図 8】 評価試験 3 における成形体の成形圧力と拔出圧力の関係を示した図である。

【図 9】 評価試験 3 における成形体の成形圧力と成形体密度の関係を示した図である。

【図 10】 評価試験 4 における成形体の成形圧力と拔出圧力の関係を示した図である。

【図 11】 評価試験 4 における成形体の成形圧力と成形体密度の関係を示した図である。

【図 12】 評価試験 5 における成形体の成形圧力と拔出圧力の関係を示した図である。

【図 13】 評価試験 5 における成形体の成形圧力と成形体密度の関係を示した図である。

【図 14】 評価試験 6 における成形体の成形圧力と拔出圧力の関係を示した図

である。

【図 1 5】評価試験 6 における成形体の成形圧力と成形体密度の関係を示した図である。

【図 1 6】評価試験 7 における成形体の成形圧力と成形体密度の関係を示した図である。

【図 1 7】評価試験 8 における成形体の成形圧力と抜出圧力の関係を示した図である。

【図 1 8】評価試験 8 における成形体の成形圧力と成形体密度の関係を示した図である。

【図 1 9】評価試験 9 における成形体の成形圧力と抜出圧力の関係を示した図である。

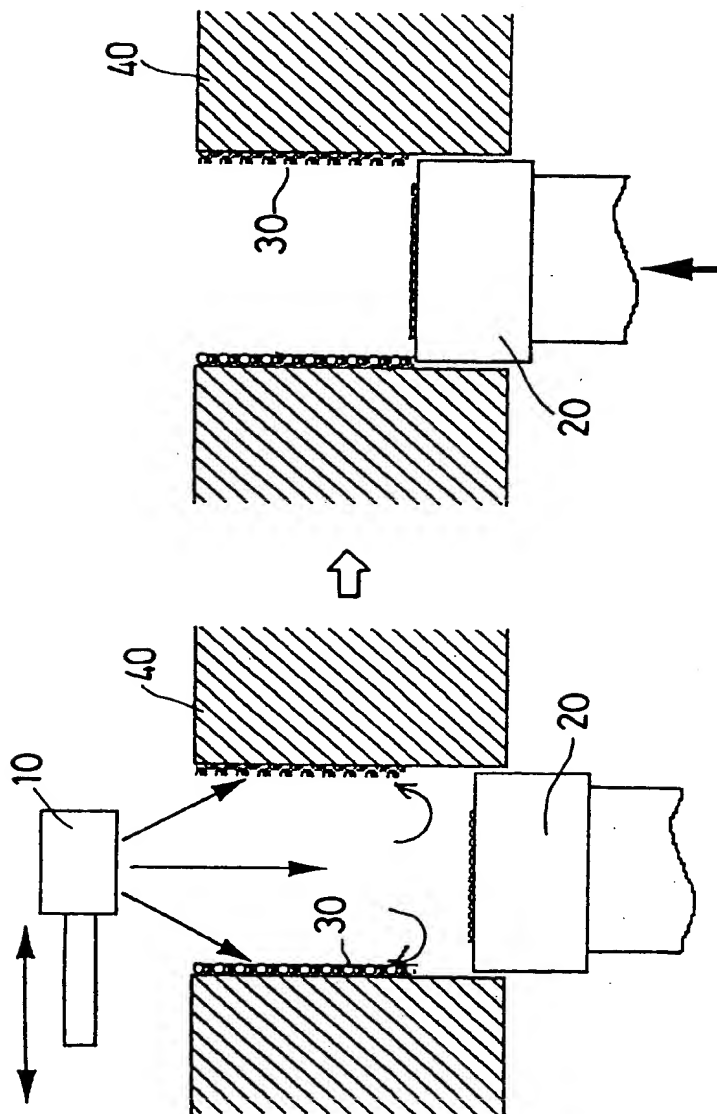
【図 2 0】TOF－SIMSの結果を示す図である。

【符号の説明】

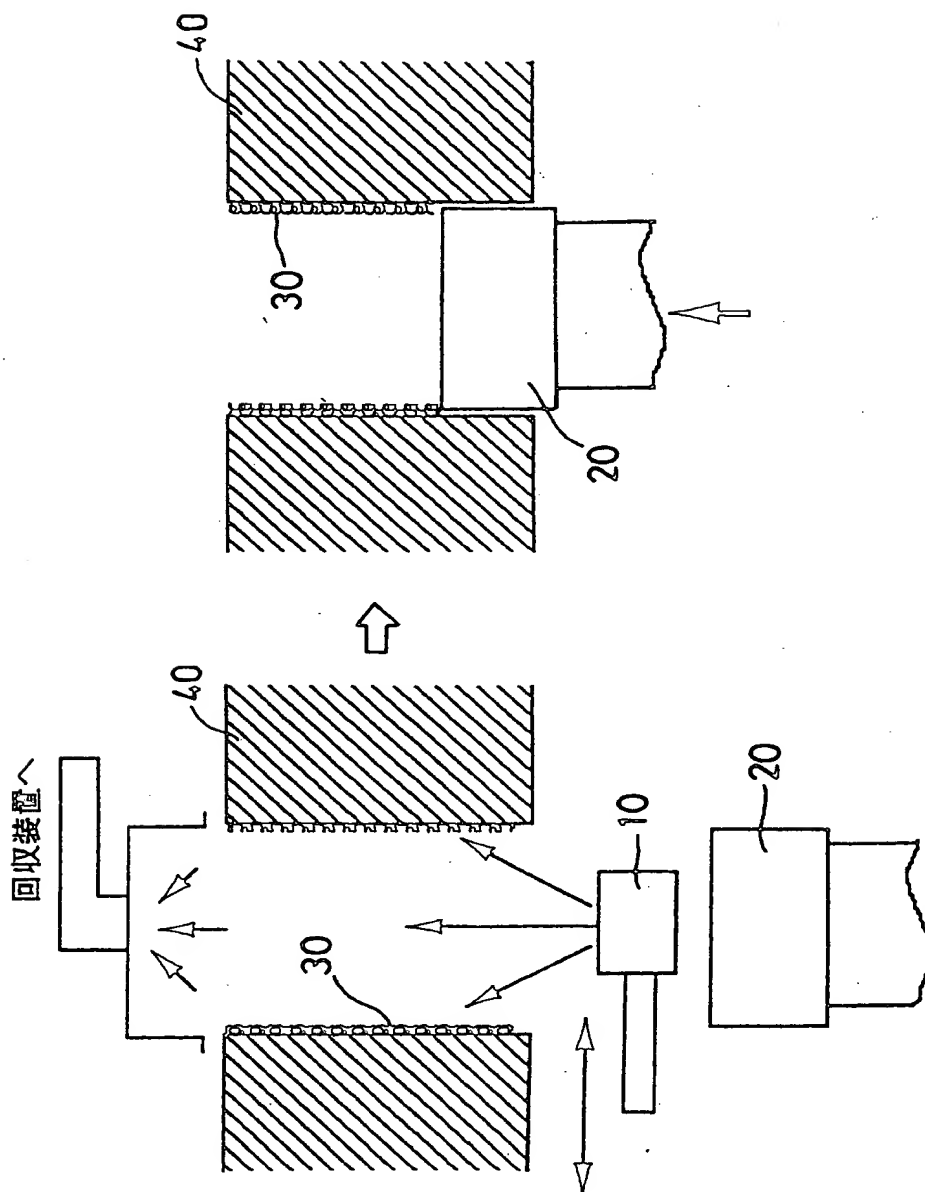
1 0 : スプレーガン	2 0 : 下パンチ
3 0 : 潤滑剤の被膜	4 0 : 金型 (ダイス)

【書類名】 図面

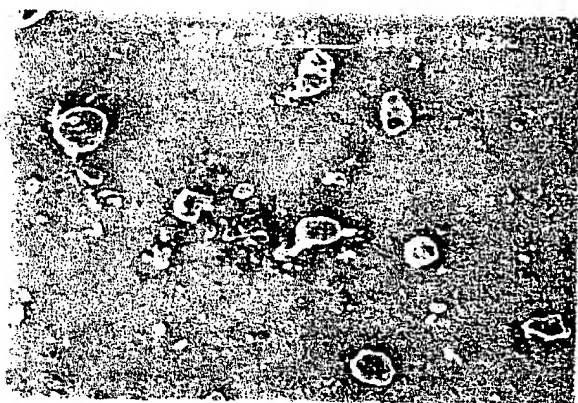
【図 1】



【図 2】



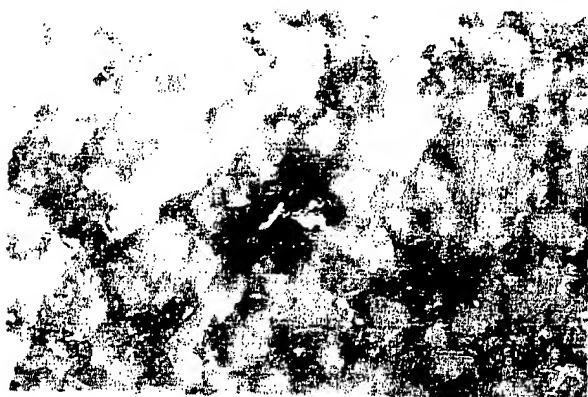
【図 3】



No. 5

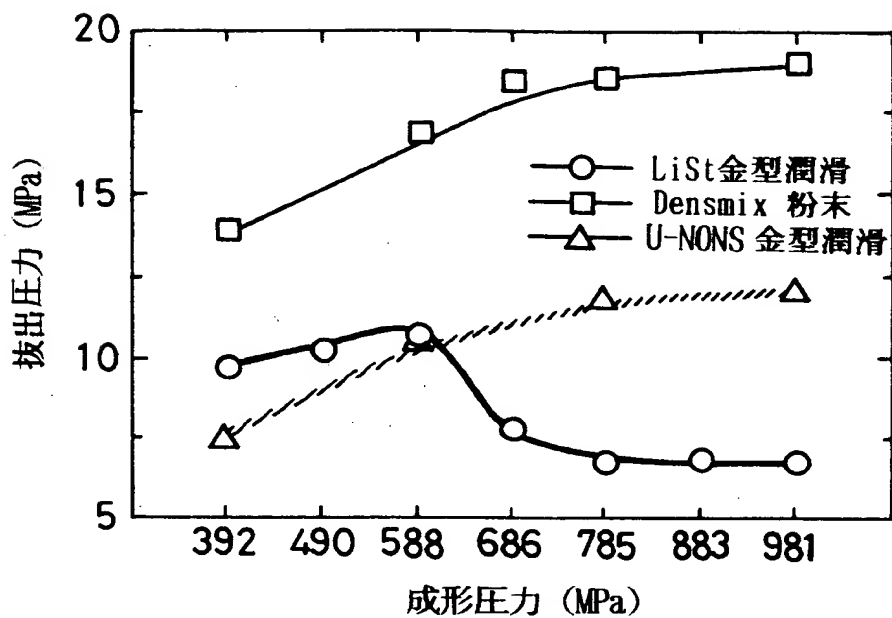


No. 4

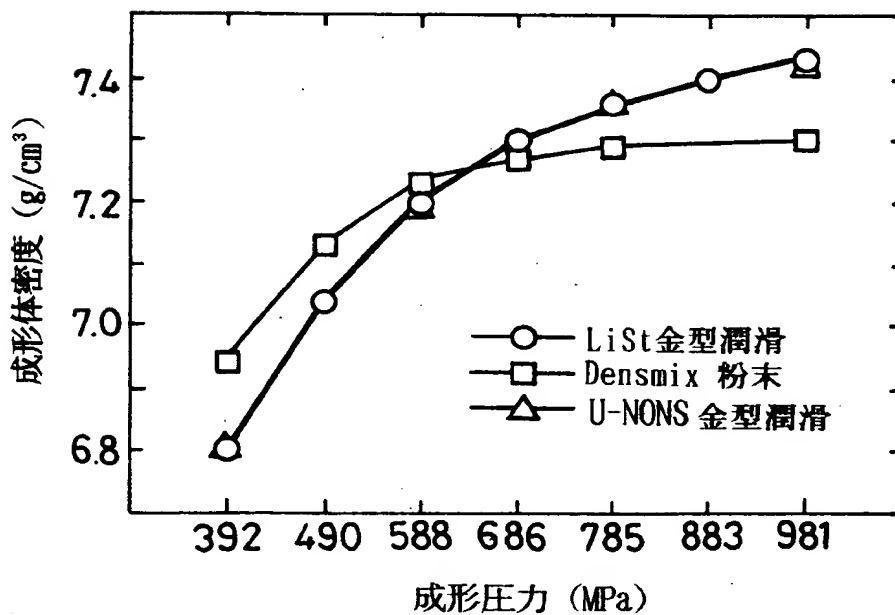


No. 1

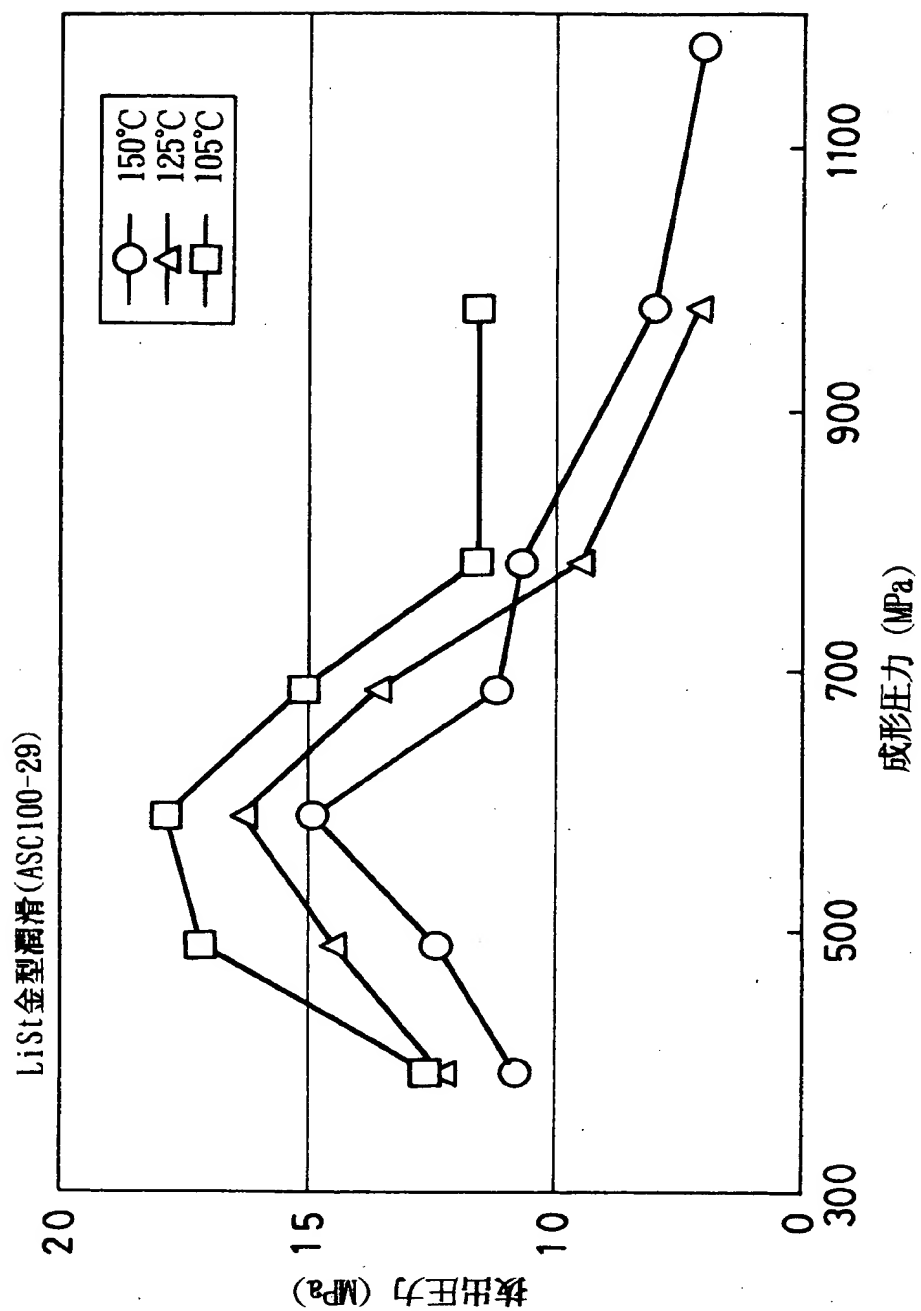
【图 4】



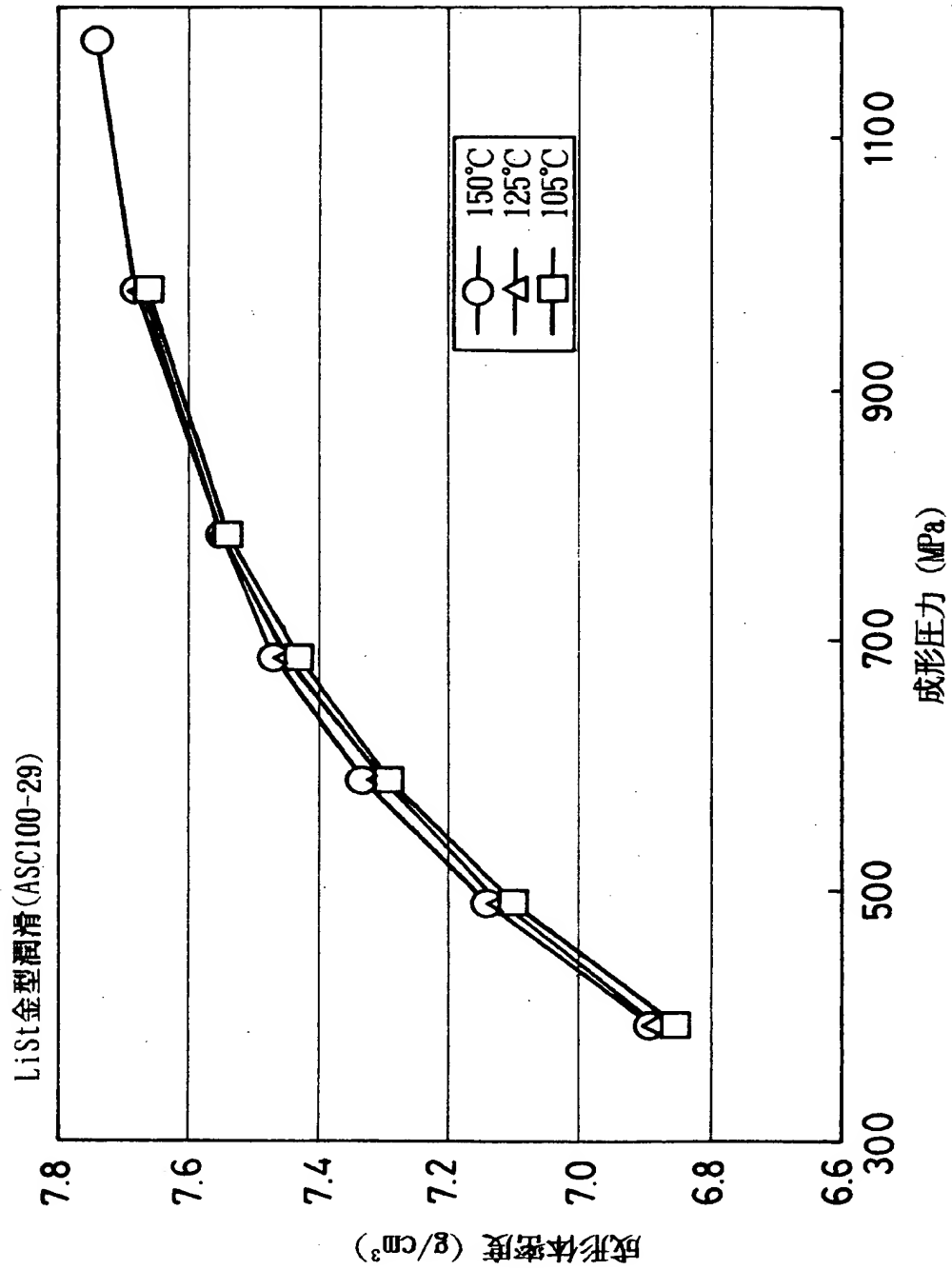
【图 5】



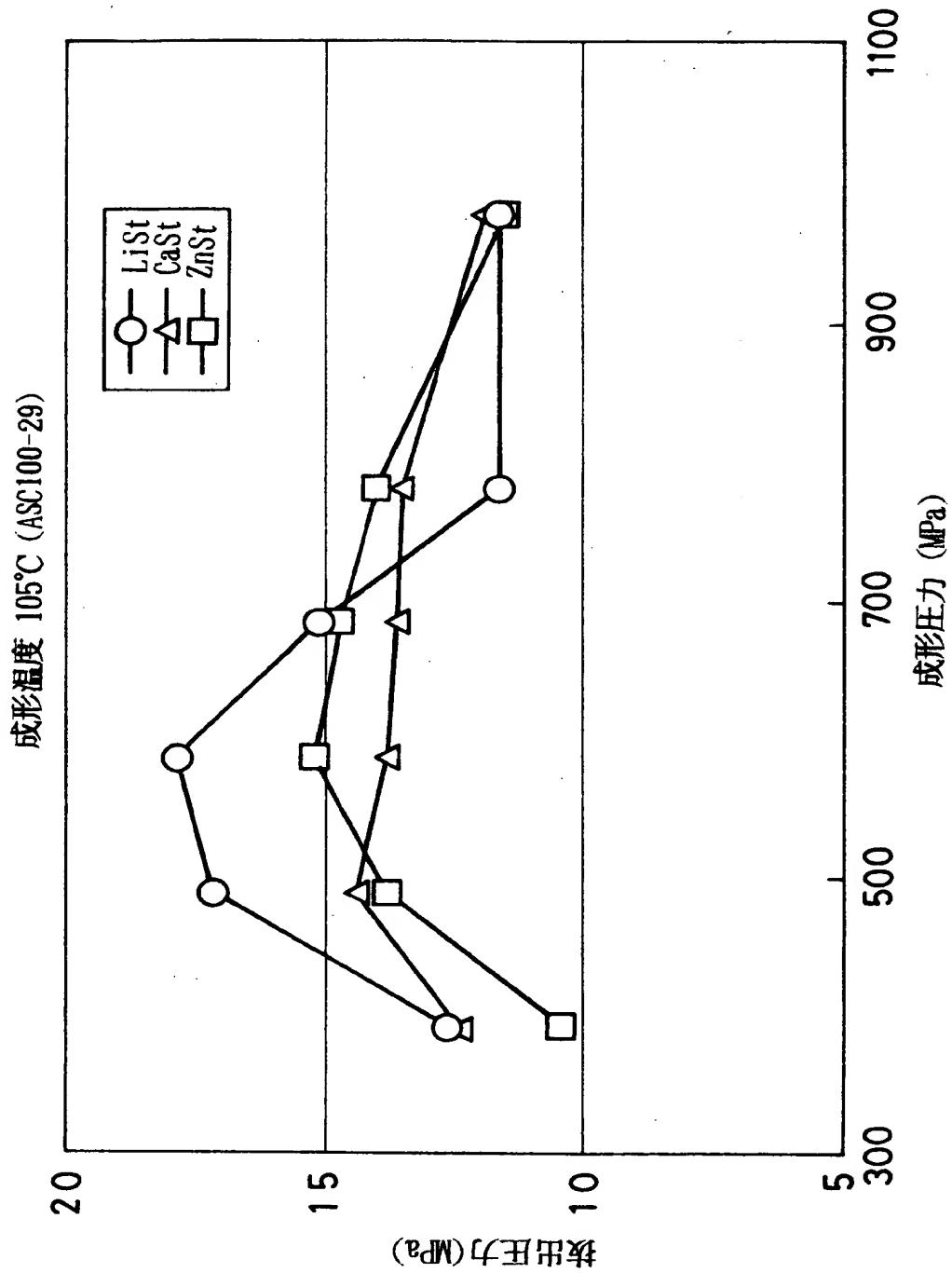
【図 6】



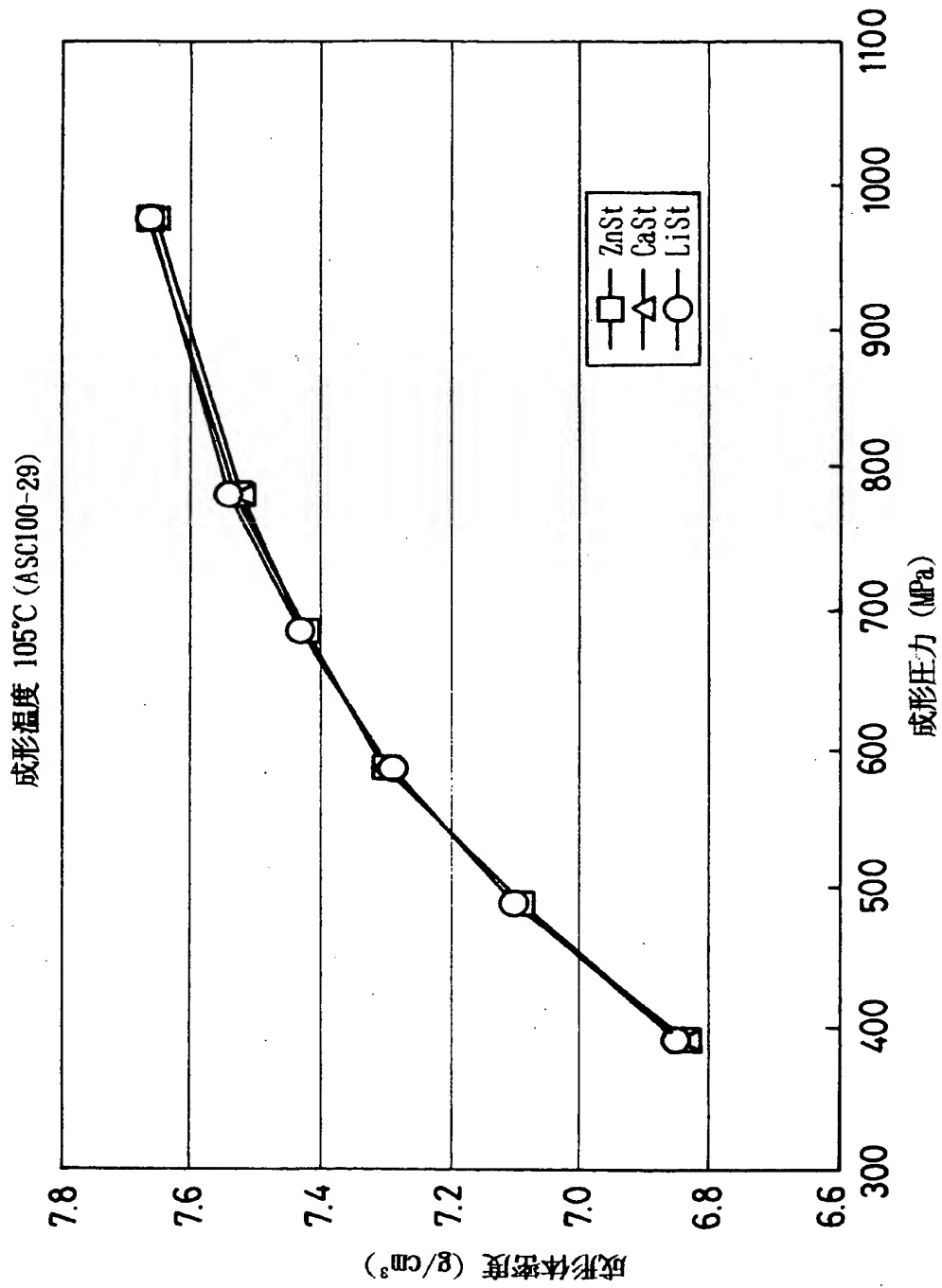
【図 7】



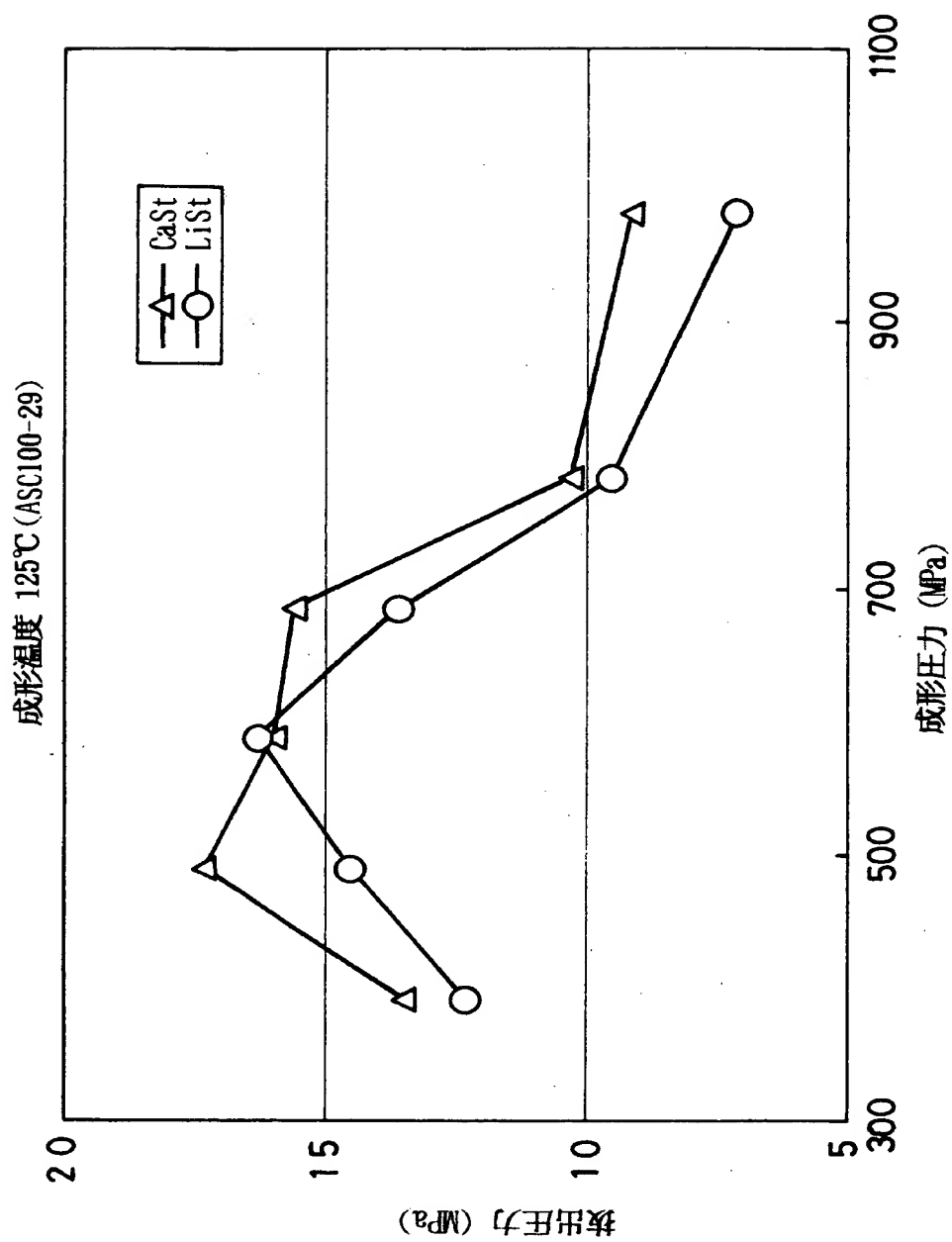
【図 8】



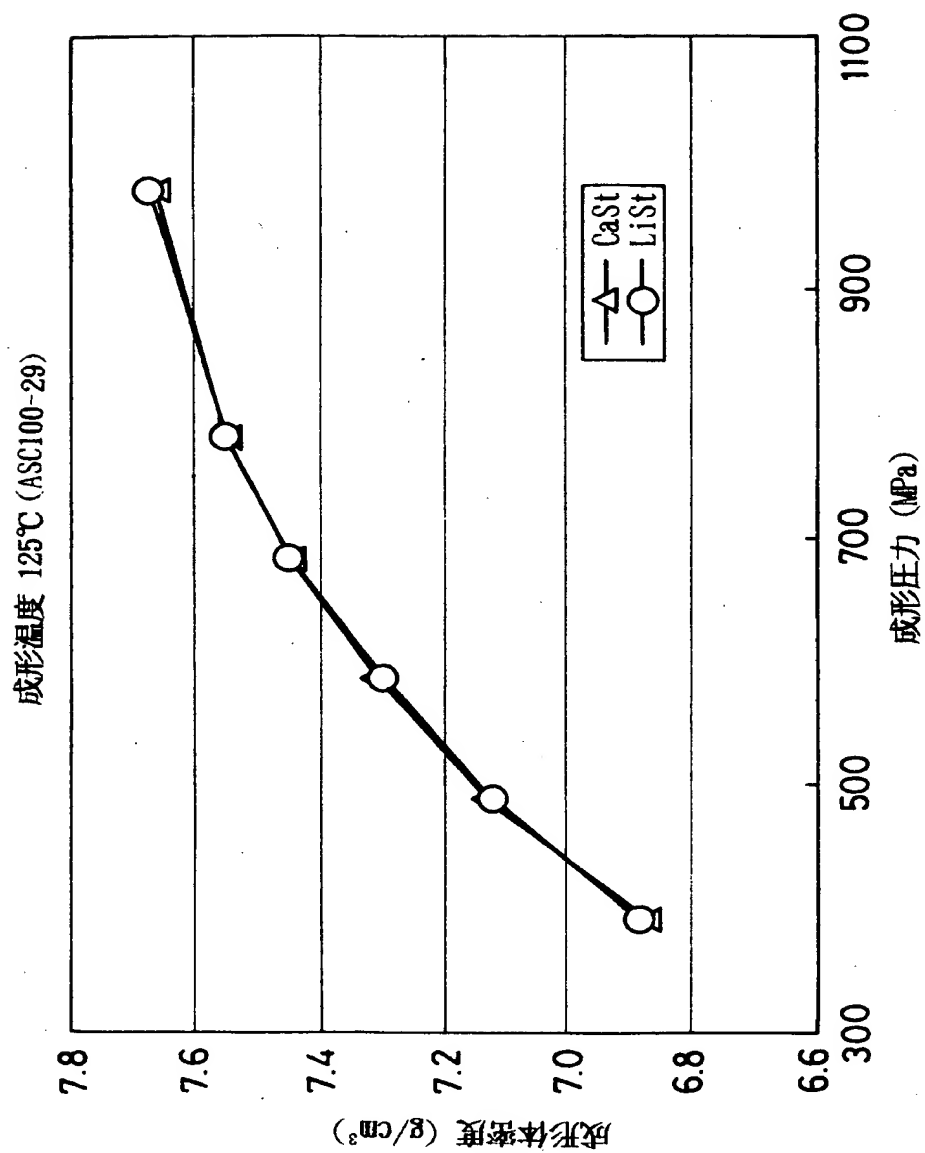
【図 9】



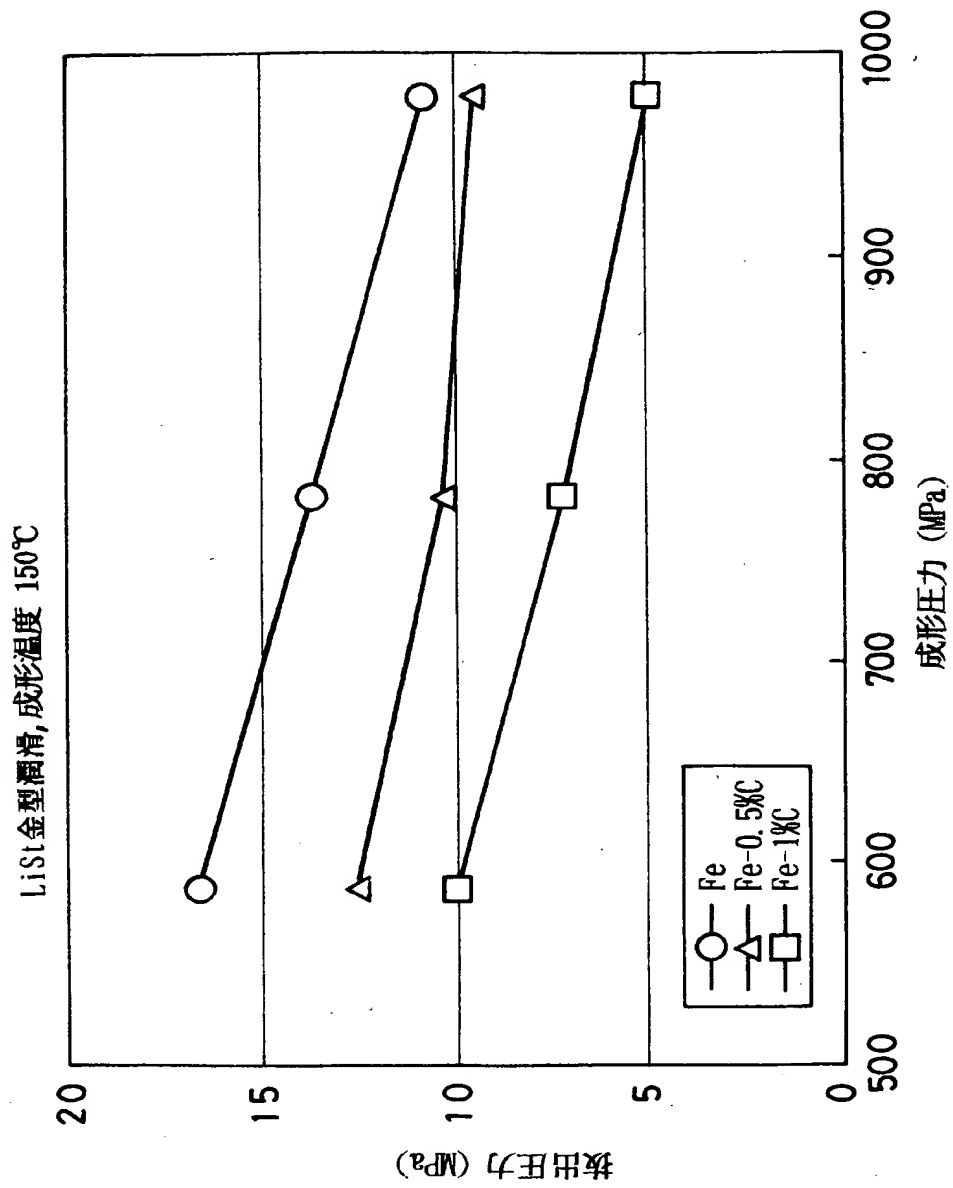
【図 1 0】



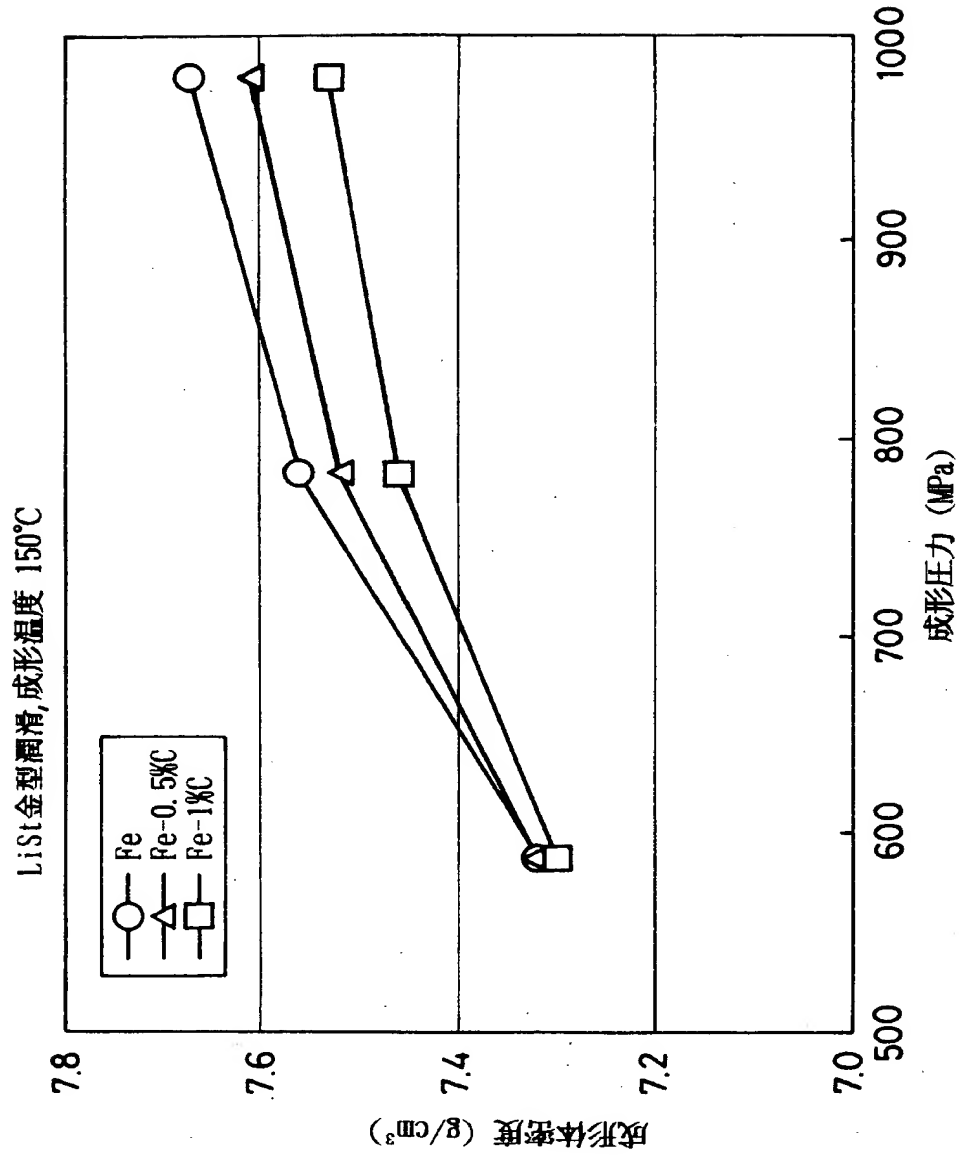
【図 1 1】



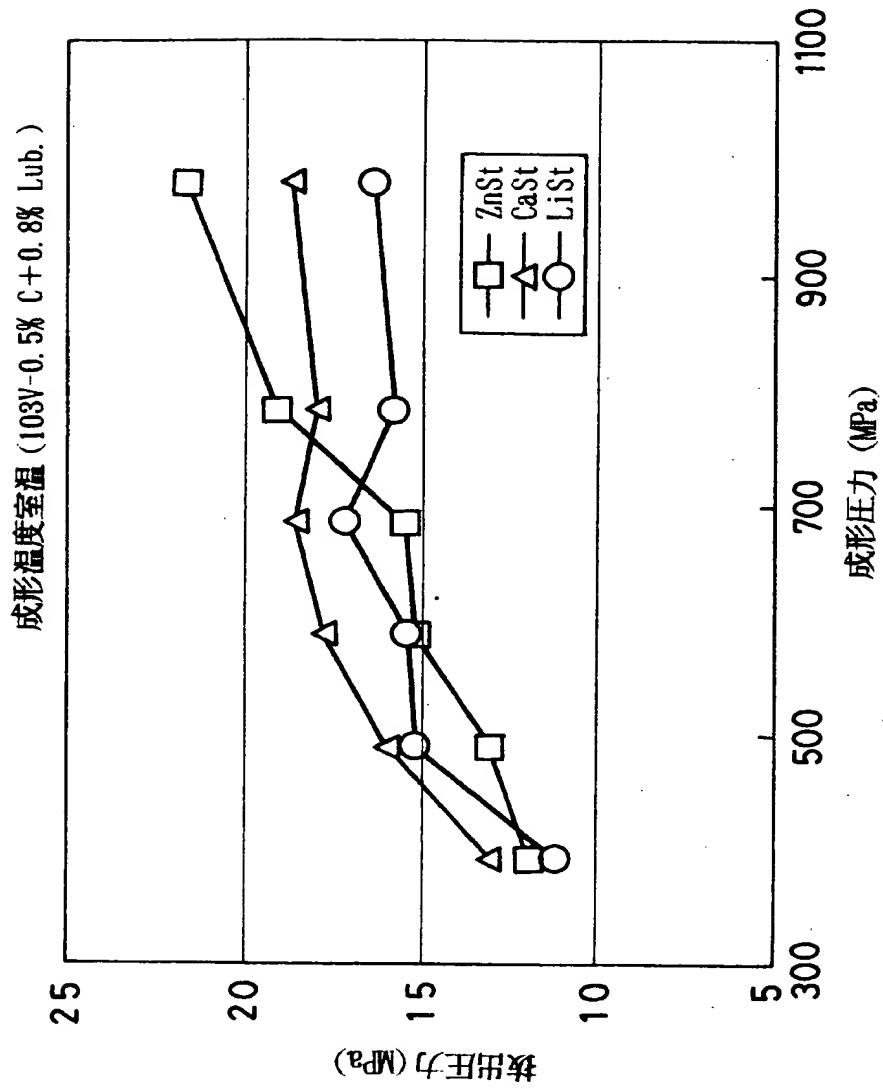
【図 1 2】



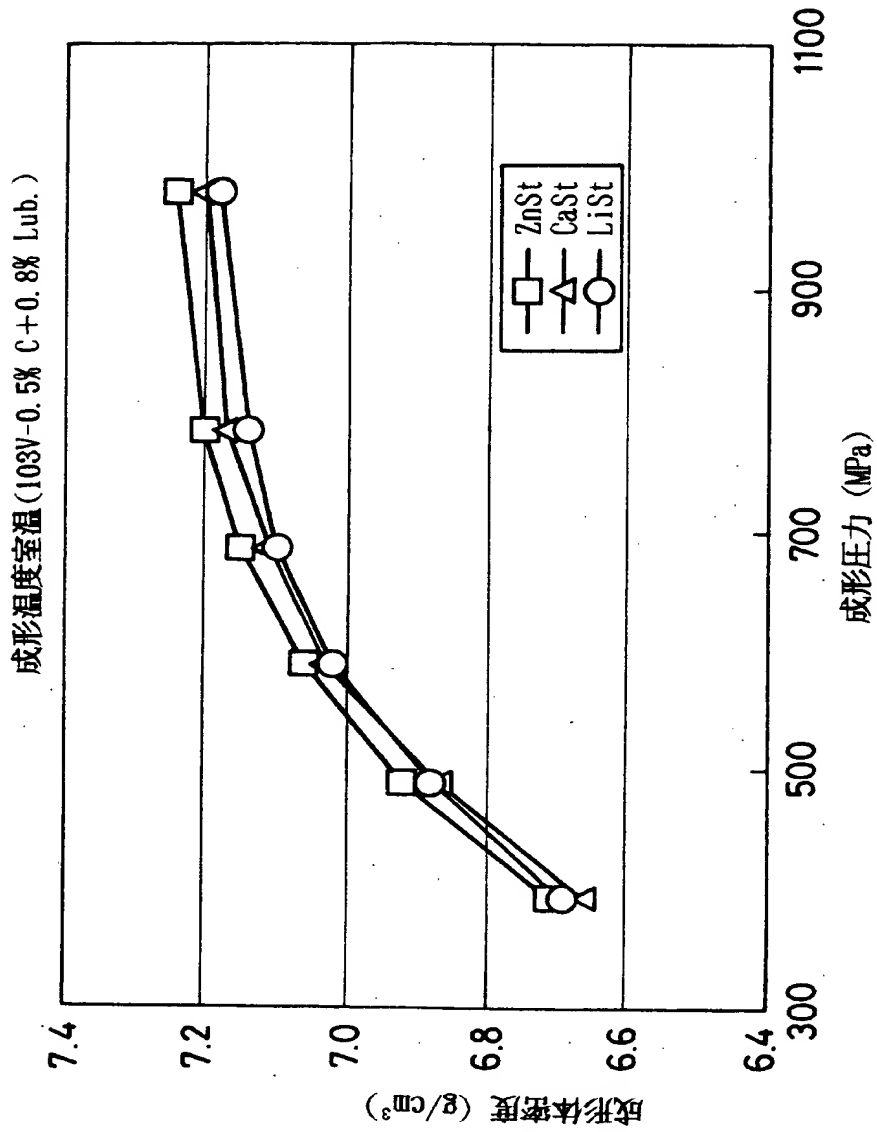
【图 1 3】



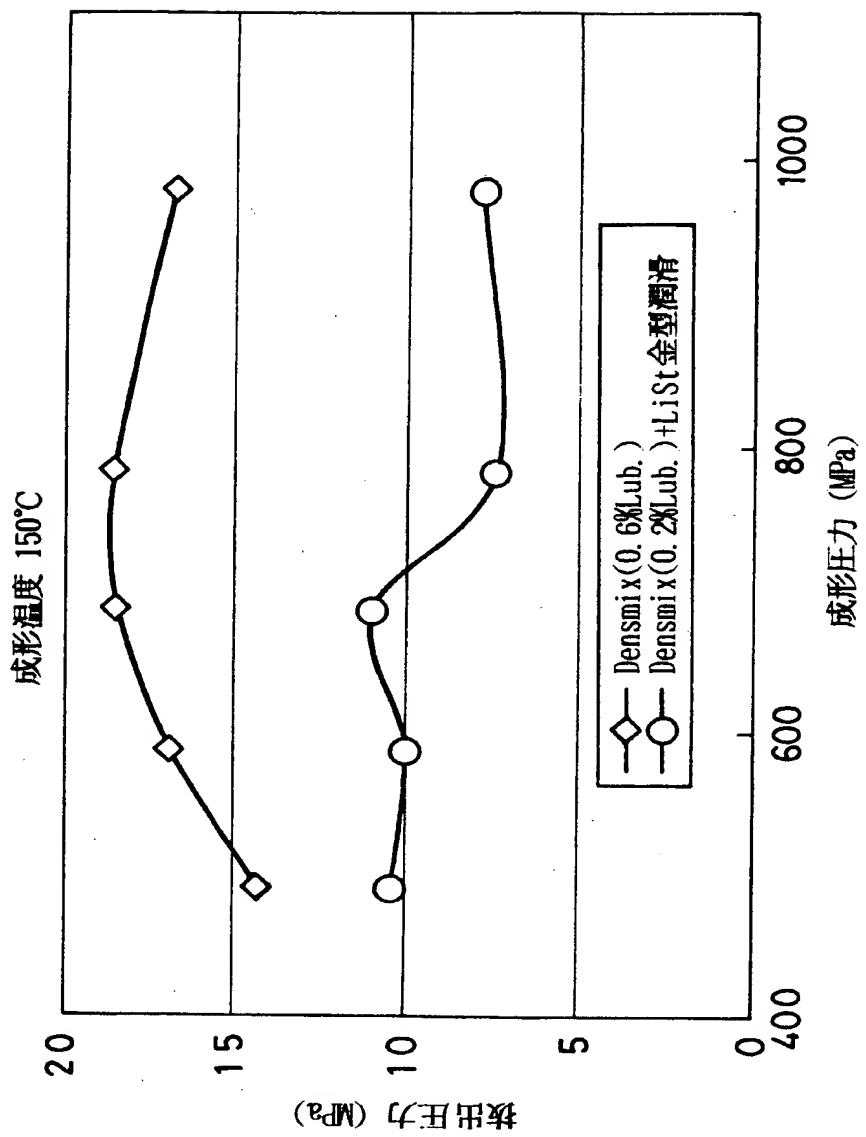
【図 1 4】



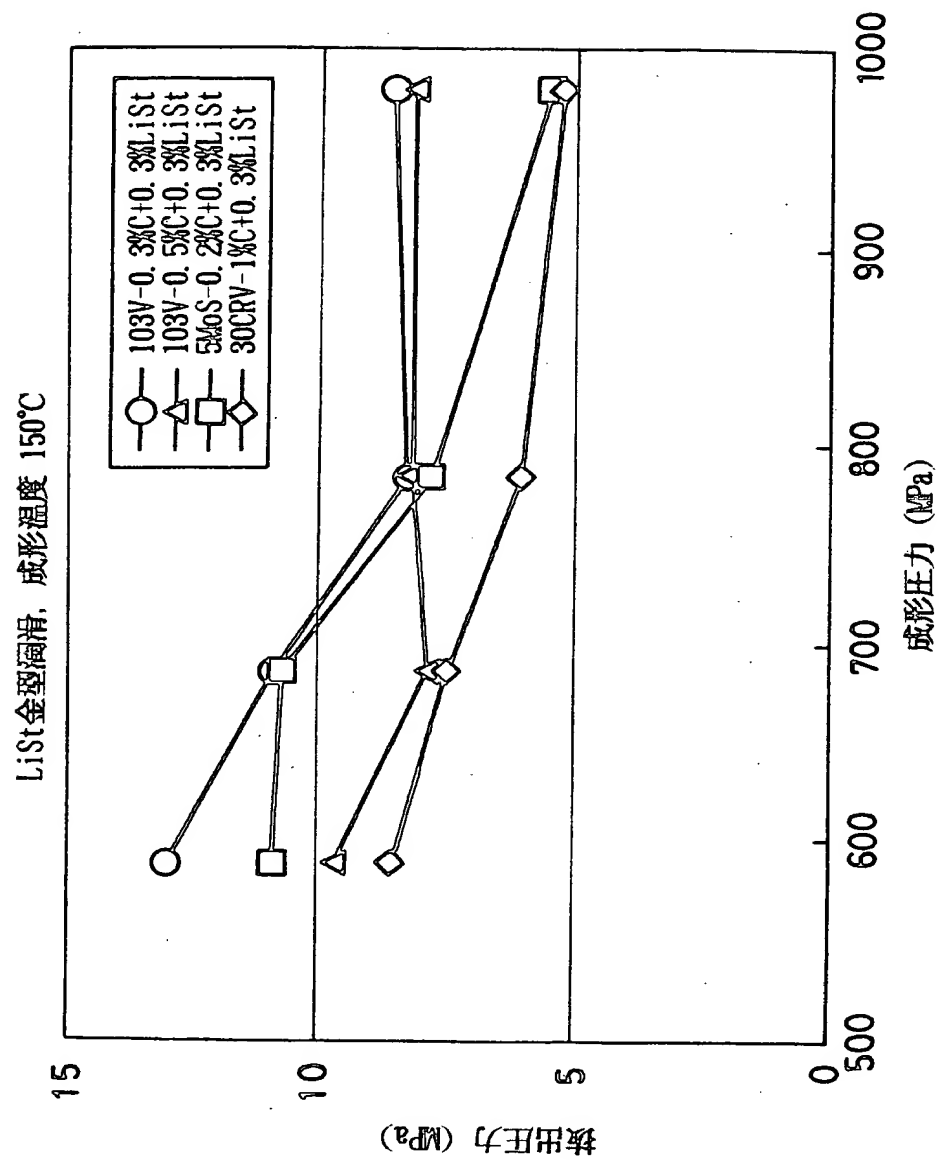
【図 1 5】



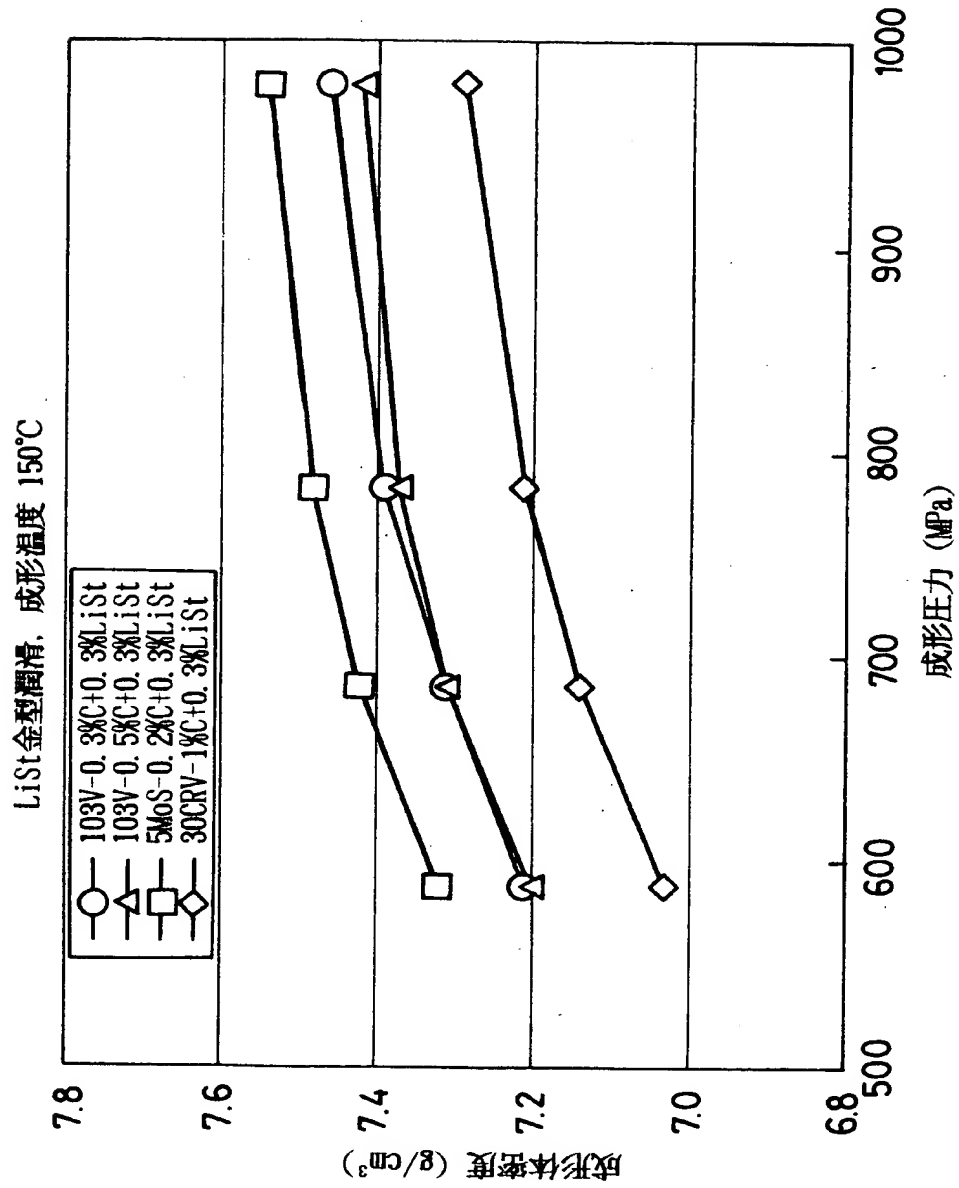
【図 1 6】



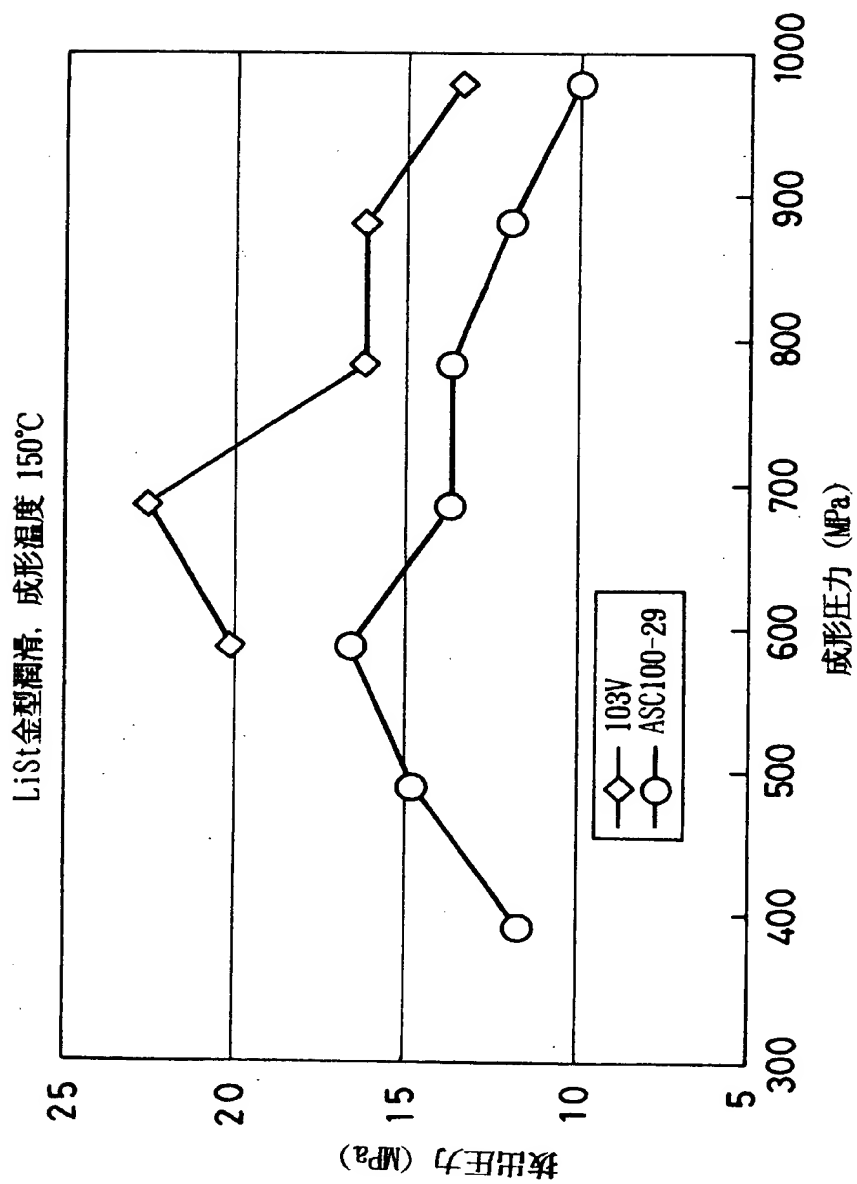
【図 1 7】



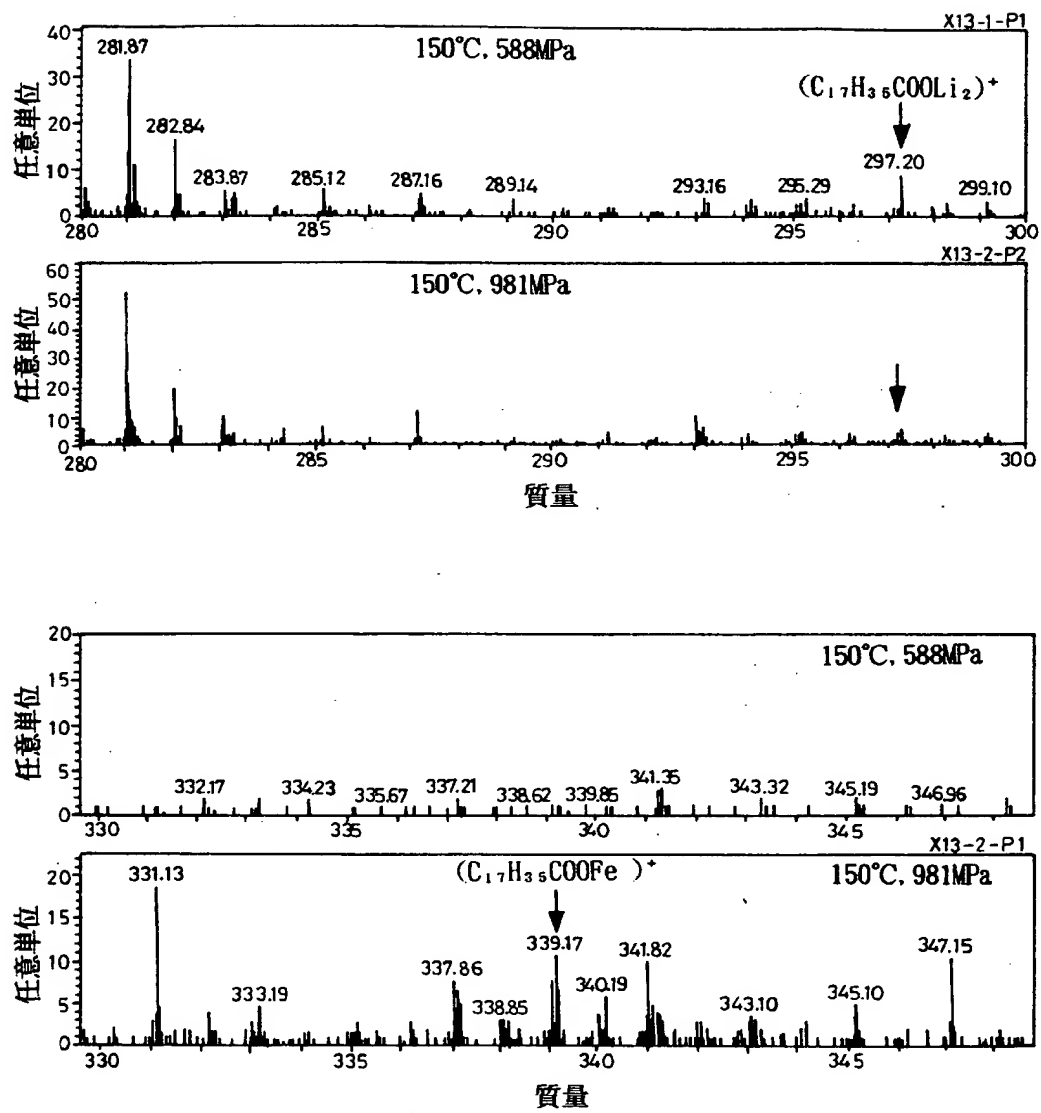
【図 1 8】



【図 1 9】



【図 2 0】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 高圧力で高密度の成形体を得る同時に、金型からの拔出圧力を低減することができる粉末冶金における粉末成形体の成形方法を提供する。

【解決手段】 加熱された金型の内面に高級脂肪酸系潤滑剤を塗布する塗布工程と金型に金属粉末を充填し、高級脂肪酸系潤滑剤が該金属粉末と化学的に結合して金属石鹸の被膜を生成する圧力で該金属粉末を加圧成形する加圧成形工程とを含む。金型と成形体の間に金属石鹸の被膜が生成することにより、金型と成形体との間の摩擦力が低減し、高圧力で成形しても拔出圧力を著しく低減できる。また高圧力で成形するので高密度の成形体を得ることができる。

【選択図】 図 6

【書類名】 手続補正書

【提出日】 平成12年 6月 9日

【あて先】 特許庁長官 近藤 隆彦 殿

【事件の表示】

【出願番号】 平成11年特許願第354660号

【補正をする者】

【識別番号】 000003609

【氏名又は名称】 株式会社豊田中央研究所

【補正をする者】

【識別番号】 000003207

【氏名又は名称】 トヨタ自動車株式会社

【代理人】

【識別番号】 100081776

【弁理士】

【氏名又は名称】 大川 宏

【電話番号】 (052)583-9720

【手続補正 1】

【補正対象書類名】 図面

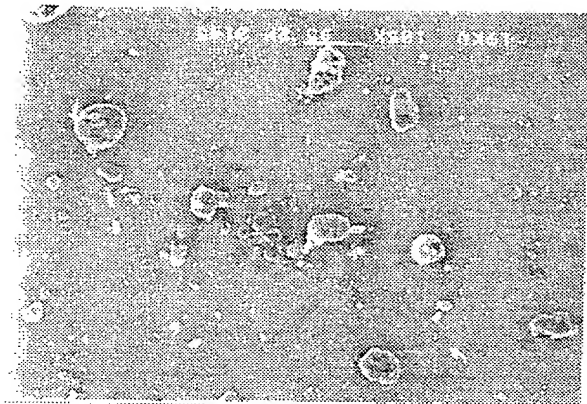
【補正対象項目名】 図 3

【補正方法】 変更

【補正の内容】 1

【図 3】

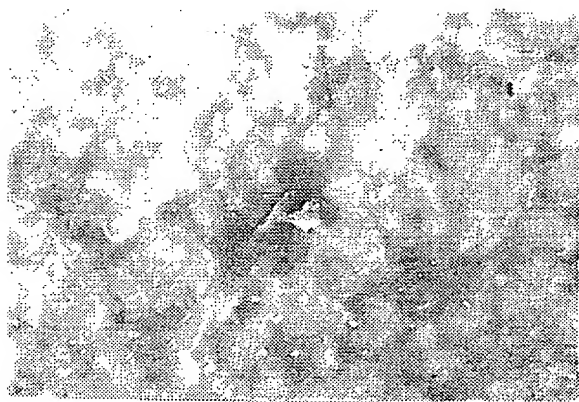
図面代用写真



No. 5



No. 4



No. 1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000003609]

1. 変更年月日 1990年 9月 6日

[変更理由] 新規登録

住 所 愛知県愛知郡長久手町大字長湫字横道41番地の1
氏 名 株式会社豊田中央研究所

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000003207]

1. 変更年月日	1990年 8月27日
[変更理由]	新規登録
住 所	愛知県豊田市トヨタ町1番地
氏 名	トヨタ自動車株式会社